



m'ont permis d'avancer dans ce projet, ainsi que pour leurs savoirs faire qu'ils ont mis à ma disposition toute au long de mon stage.

Mes remerciements à tous les membres de COSUMAR pour leur chaleureux accueil et leur complicité, en particulier les membres de l'unité de décoloration, Mrs Fathallah, Adil, Sajid, Ennakrachi, et Azougar qui m'ont beaucoup aidé dans la réalisation de mon stage.

Je tiens à témoigner toute ma reconnaissance à toute l'équipe pédagogique de la FSTF et les intervenants professionnels responsables du Master « Chimie et analyse chimique ; Application à la gestion industrielle de la qualité », pour avoir assuré la formation de ce Master.

Enfin, nous tenons à saluer tous ceux qui nous ont aidé du près ou de loin dans ce stage et que nous avons oublié de mentionner. A tous un très grand merci.

## SOMMAIRE

<b>Introduction</b> .....	6
<b>Chapitre 1 : Présentation de la société d'accueil</b> .....	7
<b>I) Présentation générale</b> .....	7
1) Fiche technique.....	7
2) Actionnaires.....	7
3) Historique.....	7
4) COSUMAR Casablanca.....	8
5) L'organigramme de la COSUMAR Casablanca.....	9
<b>II) Production</b> .....	9
1) Activités.....	9
2) Processus de fabrication du sucre blanc.....	10
a) Matière première.....	10
i) Réception.....	10
ii) Compositions des éléments de sucre.....	11
b) Le raffinage.....	12
i) La fonte.....	12
ii) L'épuration.....	12
iii) La décoloration.....	12
iv) L'évaporation.....	13



---

v) La cristallisation.....	13
<b>Chapitre 2 : Etude bibliographique.....</b>	<b>14</b>
I) Principe.....	14
II) Les échangeurs d'ions.....	14
1) Types de résines.....	14
2) Caractéristiques des résines échangeuses d'ions.....	15
3) Mécanisme de l'échange.....	15
III) Adsorption.....	15
1) Phénomène d'adsorption.....	15
2) Les adsorbants.....	16
<b>Chapitre 3 : Description de l'unité de décoloration.....</b>	<b>18</b>
I) Caractéristique de la résine utilisée.....	18
II) Description de la station 35.....	18
III) Description de la station 110.....	19
1) Caractéristiques des colonnes 110.....	19
2) Schéma de l'installation.....	20
IV) Séquences de décoloration.....	21
V) Paramètres de marche des colonnes 110.....	23
<b>Chapitre 4 : Techniques d'analyses utilisées.....</b>	<b>24</b>
<b>Chapitre 5 : Traitement du sujet.....</b>	<b>25</b>
I) Plan générale de travail.....	25
II) Suivi des paramètres de décoloration.....	26
1) Méthodologie.....	26
2) Interprétation des résultats et conclusion.....	26
III) Carte de contrôle et comparaison des 2 unités de décoloration.....	27
1) Carte de contrôle.....	27
2) Comparaison des 2 unités 35 et 110.....	28
3) Conclusion.....	29
IV) Suivi des étapes de régénération.....	30

---



---

1) Suivi des éluas de régénération et de déplacement.....	30
2) Calcul des pertes.....	31
a) Cas de la courbe bien calée.....	31
b) Cas de la courbe décalée.....	32
c) Calcul des pertes.....	32
<b>V) Optimisation de la régénération par plan d'expérience.....</b>	<b>33</b>
1) Plan de travail pour régler la problématique.....	33
a) Plan de criblage des facteurs de régénération.....	33
b) Résultats de l'étude.....	33
2) Mise en place du plan d'expérience.....	34
a) Les facteurs.....	34
b) Les réponses.....	34
3) Plan choisi et matrice d'expérience.....	35
a) Domaine expérimentale.....	35
b) Réponse expérimentale.....	35
c) Réalisation des essais.....	35
<b>Chapitre 6 : Interprétation des résultats et conclusion.....</b>	<b>36</b>
<b>I) Plan expérimentale avec les réponses.....</b>	<b>36</b>
<b>II) Analyse des résultats.....</b>	<b>36</b>
1) Estimation et statistiques des coefficients.....	36
2) Analyse de la variance.....	37
3) Etude des résidus de la réponse.....	38
4) Etude graphique en 2D.....	38
5) Courbure de l'équation canonique.....	40
6) Etude du chemin optimale.....	41
7) Conclusion.....	42
<b>III) Vérification des résultats du plan d'expérience.....</b>	<b>43</b>
<b>IV) Valeur ajoutée de l'étude.....</b>	<b>43</b>
<b>Recommandations et perspectives.....</b>	<b>45</b>
<b>Conclusion.....</b>	<b>46</b>
<b>Annexe</b>	



## INTRODUCTION

Dans un monde en pleine évolution technologique, les sociétés industrielles, notamment l'industrie sucrière, ont connu un développement exponentiel afin de répondre à la demande pressante de la population devenue très exigeante. Cette conjoncture fait qu'une société telle que COSUMAR investit beaucoup dans la rénovation et l'amélioration continue du processus de fabrication de sucre blanc, en utilisant de nouveaux moyens et outils de résolution des problèmes et d'optimisation.

L'industrie sucrière fait partie des industries alimentaires les plus importantes. La compagnie sucrière marocaine de raffinage, COSUMAR, produit à elle seule 2400 tonnes de sucre raffiné par jour.

Face aux exigences des consommateurs, la COSUMAR procède sans cesse à la modernisation de son parc industriel. C'est ainsi qu'elle s'est dotée récemment de nouveaux appareils, entre autres des colonnes de décoloration du sirop de sucre sur résine, pour améliorer la qualité de son sucre blanc, et une unité de nanofiltration pour traiter les rejets des colonnes lors de la régénération qui a un double but, limiter la pollution de l'environnement par les colorants qui étaient jetés dans la mer et qui seront maintenant injectés dans la mélasse, et récupérer une grande fraction de NaCl jadis perdue et pouvoir la réutiliser dans le processus de régénération.

Par ailleurs, la régénération de la résine est une phase très coûteuse pour l'entreprise. C'est la raison pour laquelle, la COSUMAR vise à minimiser les charges dues à cette régénération tout en produisant un sucre blanc de bonne qualité.

Dans le cadre de mon projet de fin d'étude, je vais faire le suivi du taux de décoloration en fonction des différents paramètres influents, le suivi de la régénération et son influence sur la décoloration et surtout l'amélioration de la récupération du sel à partir des colonnes de décoloration pendant l'étape de régénération en utilisant des outils jugés efficaces tels que la méthodologie des plans d'expérience spécialité de notre Master.

## Chapitre 1 : Présentation de la société



Groupe COSUMAR, compagnie sucrière marocaine et de raffinage, filiale du groupe ONA depuis 1985, est l'unique opérateur sucrier marocain. Grâce à une expérience de près de **80 ans**, du savoir faire de ses **3000 collaborateurs**, de la modernisation de leur outil industriel et d'un partenariat étroit avec leur amont agricole, elle est aujourd'hui leader incontestable dans le domaine d'extraction, raffinage et conditionnement du sucre sous toute les formes, et acteur du développement de nos régions et affiche une compétitivité croissante, et grâce à son expérience, le groupe a été élu dernièrement à la tête de l'organisation international du sucre.

## I. Présentation générale

### 1) Fiche technique

Raison sociale	COSUMAR (compagnie sucrière marocaine et de raffinage)
Forme juridique	Société Anonyme
Secteur d'activité	Production de sucre
Siège social	8 Rue El Mouatamid Ibnou Abbed BP 3098.20 300, Casablanca. Maroc
Site web	<a href="http://www.cosumar.com">www.cosumar.com</a>
Chiffre d'affaire	5.696.000.000,00 Dirhams
Capital	419.105.700 Dirhams
Nombre d'actions	4191057
Implantation	5 sociétés
Effectif	2000 collaborateurs
Amont agricole	80000 agriculteurs
Superficie agricole	90000 hectares
Capacité de production	2400 tonnes de sucre raffiné par jour

### 2) Actionnaires

Les principaux actionnaires au 30.06.2009 sont :

ONA	55,49 %
CIMR	12,82 %
Divers actionnaires	11,63 %
SNI	7,09 %
Wafa ASSURANCE	5,35 %
BANQUE ISLAMIQUE	3,41 %
RMA WATANIYA	1,84 %
MAMDA	1,42 %
MCMA	0,77 %
CELACO	0,18 %
Total	100 %

### 3) Historique

La raffinerie de Casablanca est créée, sous le sigle COSUMA par Société Nouvelle des Raffineries de Sucre de SAINT LOUIS de MARSEILLE, elle produit 100 tonnes de sucre par jour, exclusivement sous forme de pains de sucre.

**1967**



L'Etat marocain acquiert 50% du capital;

**1985**

Le groupe ONA prend le contrôle du capital de COSUMAR, désormais cotée à la Bourse des Valeurs de Casablanca;

**1993**

COSUMAR absorbe les sucreries des Doukkala (Zemamra et Sidi Bennour) dont il détenait déjà une part significative ;

**2002**

Passage en blanc de la sucrerie de Sidi Bennour c'est-à-dire : Production de sucre granulé destiné à la consommation directe ;

**2003**

Certification des sucreries ISO 9001 V 2000 par l'organisme AFAQ ;

**2005**

Acquisition des 4 sociétés sucrières Publiques, SUTA, SURAC, SUNABEL et SUCRAFOR ;

**2006**

Extension de la capacité de traitement de betteraves à 15 000 t betteraves/jour de la sucrerie de Sidi Bennour, montant de l'investissement : 850 MDH ;

**2007**

en 2007, La COSUMAR à lancé le projet d'extension et de modernisation de la raffinerie de Casablanca, avec un investissement de 120 Mdh.

Une unité de sucre granulé STG 2, une unité de pains automatique PACK et 2 silos sont installées et mises en marche jusqu'à maintenant.

#### **4) COSUMAR Casablanca**

Le Maroc se classe dans les premiers rangs des consommateurs de sucre dans le monde avec une croissance annuelle moyenne de 2.36%.

Néanmoins, il ne peut satisfaire que 45% (2009) des besoins des consommateurs à cause des conditions climatiques. Pour atteindre l'autosuffisance, le reste est comblé par l'importation du sucre brut.

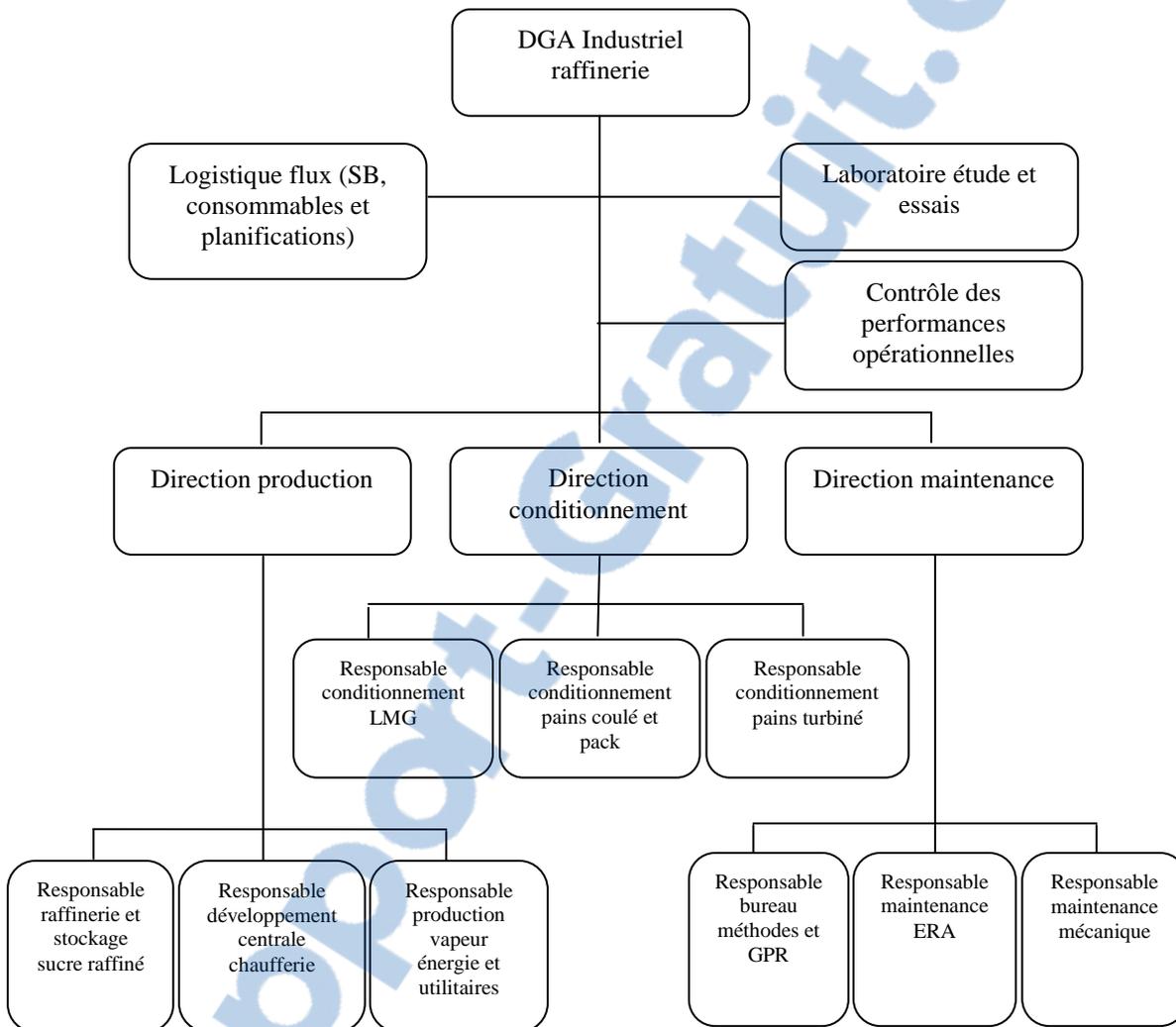
La COSUMAR Casablanca a limité son activité au raffinage du sucre brut importé. Grâce à une capacité de production de 1.000.000 tonnes de sucre/an, sa production représente près de 55% (2009) de la production nationale.

La COSUMAR Casablanca fournit au marché national du sucre blanc sous différentes formes selon les besoins et traditions du consommateur marocain qui, rappelant le, consomme 35Kg/personne et par ans de sucre directement, surtout dans le thé, en égalant ainsi les européens qui eux, le consomment indirectement surtout dans les boissons et confiserie. Ses produits sont :

- ✓ Le pain de sucre : produit phare de la COSUMAR puisqu'il constitue plus de 50% de la production en sucre.
- ✓ Le sucre en lingots : produit inventé dans les années 70, destiné essentiellement à la préparation du thé.
- ✓ Le sucre en morceaux : forme moulée la plus connue dans le monde, destinée à la préparation du café.
- ✓ Le sucre granulé : forme destinée aux ménages et aux industriels. Sa production dépasse les 30%.
- ✓ La mélasse : sous-produit du raffinage du sucre brut. Il est vendu aux laboratoires pharmaceutiques pour être utilisé comme milieu de culture et aux agriculteurs pour l'alimentation du bétail.



## 5) L'organigramme de la COSUMAR



## II. Production

### 1) Activités

La production de COSUMAR n'a cessé d'augmenter au fil des années, en effet, en 1932 elle était de 100 t/jour, en 1989 elle représentait à peu près 61% de la production, soit 46300t/ans à 752000t/ans.

La COSUMAR monopolise donc le marché sucrier marocain avec une production journalière moyenne de 2400t/j, elle contribue au marché de l'emploi et favorise la mise en place de partenariat avec les fournisseurs et les transporteurs.

- ✓ L'approvisionnement des matières stratégiques : matières d'emballage, produits chimiques, fuel et eau : SNEP, LYDEC



- ✓ Le transport du sucre et des produits finis vers les dépôts dans diverses villes du Maroc : ONCF, l'ONT et autres transporteurs.

Mais cela reste en deca des ambitions projetées dans le plan sucrier national .Déjà dans le plan quinquennal 1981-1985, on prévoyait une production qui couvrirait 75% à 83% de la consommation nationale ,donc pour satisfaire les besoins internes la COSUMAR a recours au marché international.

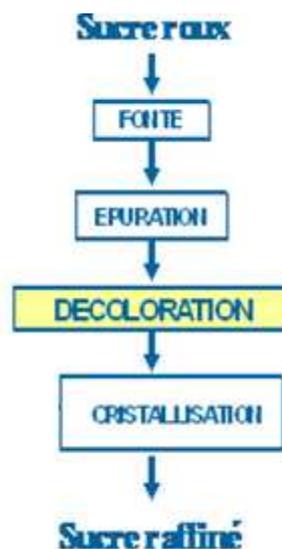
Dans cet égard, en 1992 environ 460000 t de sucre brute ont été importés essentiellement du Brésil.

Cette importation est assurée par l'ONTS (office national de thé et du sucre) et ce pour couvrir le déficit de la production nationale qui est actuellement de l'ordre de 400000t/an.

## 2) Processus de fabrication du sucre blanc

On rappelle que COSUMAR traite plus de 700000 t/ans de sucre brute importé, selon un processus de fabrication long et compliqué, impliquant une main d'œuvre qualifiée et formé en continue aux nouvelles technologie de raffinage, chose nécessaire à cause du grand projet de développement et de renouvellement de l'usine lancé dernièrement pour une somme de plus de 2000000 DH, qui vise à améliorer et optimiser la productivité qui vise à anticiper la libéralisation du marché et l'arrivée de la concurrence .

On peut résumer les différentes étapes de fabrication dans le schéma suivant :



On va devoir expliquer chaque étape pour bien comprendre le processus ainsi que la liaison entre les différentes sections de l'usine, dans le but de montrer l'importance de l'harmonie dans le travail à l'intérieur de COSUMAR.

### a) Matière première

#### i. Réception

Le sucre de canne : importé essentiellement du Brésil.

Le sucre brute importé est transporté des bateaux vers COSUMAR via des camions, qui sont pesés à l'entrée par un pont bascule, puis le produit est mené vers le silo dont la capacité est de 75000 tonne. Le sucre est déversé de telle sorte à mélanger différentes qualités afin de garder une productivité stable de l'usine.

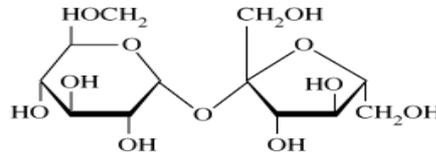


Le sucre est transféré vers la station d'affinage grâce à des bandes transporteuses en passant par deux servo-balances pour estimer la quantité de sucre introduite à l'usine (800 kg par pesée), un aimant pour éliminer les métaux ferreux, et un tamis pour isoler les grosses impuretés.

## ii. Composition des éléments du sucre brute

### ❖ le sucre ou saccharose

Sa formule chimique est  $C_{12}H_{22}O_{11}$ , sa densité est de 1.6, et sa masse moléculaire 342 g/mol, sa solubilité est grande dans l'éther, il est formé de la liaison glucose-fructose.



### Formule développée d'une molécule de saccharose

Le saccharose est un élément dextrogyre, c'est à dire qu'il dévie à droite la lumière polarisée, il a un pouvoir rotatoire spécifique de  $+66.5^\circ$ .

A  $190^\circ C$ , il y a coloration, et il se forme peu à peu, par déshydratation des dérivés tels que le caramel.

A  $200^\circ C$  il y a décomposition en charbon de sucre.

### ❖ les cendres

Les cendres sont les matières minérales incluses dans les cristaux de sucre, elles se composent principalement de Potassium (25%), chlorures (22%), sulfates (21%), carbonates, calcium, fer...

### ❖ les sucres réducteurs

Sucres contenant un groupe aldéhyde ou cétone libre qui leur permet de s'oxyder rapidement et de conduire à des réactions de brunissement à températures élevées, ou encore les sucres non cristallisables.

Exemples : glucose, fructose, maltose...

### ❖ Le non sucre organique

C'est un élément que l'on peut mesurer dans l'ensemble, mais on peut le décomposer par diverses opérations chimiques.

Le non sucre organique comprend:

- ✓ des acides organiques libres,
- ✓ des produits de décomposition du saccharose provenant de la fabrication du sucre brute,
- ✓ des gommés, des résines et de la cellulose,
- ✓ des bactéries (moisissures, gazogènes..) et des matières colorantes.

### ❖ l'humidité

Tout corps, qui n'est pas déshydraté, renferme de l'eau.

## b) Le raffinage





C'est le procédé qui permet d'obtenir à partir d'un sucre brute, un sucre raffiné de haute pureté. Pour ce faire le sucre brut doit subir plusieurs opérations :

### i. La fonte

C'est la dissolution du sucre affiné afin de fondre le système cristallin pour attaquer les impuretés internes du cristal. Cette opération s'effectue dans des bacs munis d'agitateurs pour mélanger le sucre et les eaux sucrées, le sirop ainsi obtenu à un Brix de 64%.

### ii. Épuration

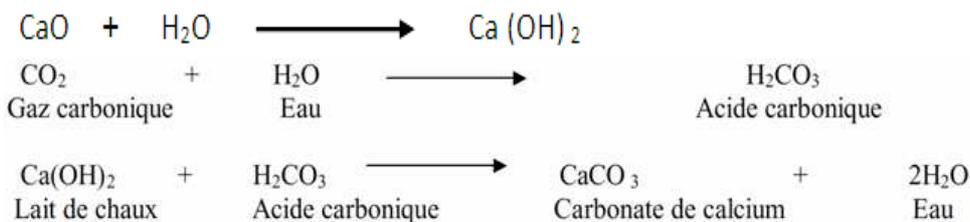
L'épuration consiste à précipiter les impuretés du sucre libérées lors de la fonte, et les éliminer par filtration mécanique.

Cette opération se fait en 2 étapes importantes :

#### ❖ La carbonatation

À la sortie du bac de stockage, la fonte est mélangée avec le lait de chaux à raison de 5g/l, on barbote à travers le liquide chaulé du gaz carbonique provenant de la combustion du fuel.

C'est le procédé de précipitation des carbonates de calcium dans la fonte, ce précipité doué de propriétés d'absorption entraînera la plupart des matières organiques et certaines impuretés, il est obtenu par réaction entre l'acide carbonique «  $H_2CO_3$  » et le lait de chaux «  $Ca(OH)_2$  » selon les réactions :



La carbonatation se fait dans une série de 3 chaudière d'une capacité totale de 1047 hl, le sirop entre du bas de la chaudière à une  $T^{\text{re}}=70^{\circ}\text{C}$  et un débit de  $150 \text{ m}^3/\text{h}$  et sort du haut de la 3ème chaudières à une température de  $90^{\circ}\text{c}$  et un pH de 8,5 à 8,7. Les 3 chaudières sont alimentées en continu par un gaz qui doit contenir au moins 13% de  $CO_2$  (avec des proportions différentes) il est maximum dans la première chaudière car c'est là où s'effectue 75% de la carbonatation. Le taux de décoloration est de l'ordre de 55 à 60%, et la coloration de la commune carbonatée est de 600 à 650 ICUMSA.

#### ❖ La filtration

Après la carbonatation vient l'étape de séparation du sirop du précipité. La filtration est opérée dans une installation constituée de 8 filtres de type DIASTAR GAUDFRAN (voir figure), 6 de capacité de  $30\text{m}^3$  chacun, et 2 de capacité de  $40\text{m}^3$ , qui fonctionnent en alternance.

A l'intérieur de chacun de ces filtres il y a des plateaux (80 pour les petits et 138 pour les grands) habillés d'une toile filtrante synthétique de diamètre de pore de  $50 \mu\text{m}$  qui laisse passer le sirop seulement, alors que le carbonate de calcium s'accumule autour de la toile, en formant un gâteau d'une certaine épaisseur, qui facilite d'avantage la filtration en arrêtant toutes les particules en suspension, et ce grâce à une différence de pression entre le sirop et l'intérieur de la poche de filtration.

On obtient à la fin un sirop limpide, de pureté d'environ 99%, qui est envoyé vers le bac de la commune filtrée puis vers les colonnes de décoloration.



### iii. La décoloration

La décoloration est une partie importante du procédé de fabrication du sucre, car c'est elle qui détermine en réalité la qualité du produit fini. La décoloration est faite sur des résines adsorbantes ionisées (grande polarité), et permet d'éliminer la fraction des matières colloïdales, cendres, sels dissouts, et substances colorantes, qui a passé à travers la filtration mécanique.

A l'aval de cette étape, on obtient un sirop décoloré de brix égale à 64, un pH de 8.3 et une coloration située entre 100 et 300 ICUMSA selon les conditions de marche.

Cette étape sera détaillée davantage dans la partie sujet.

### iv. L'évaporation

A la sortie des colonnes de résine, la raffine avant concentrée a une pureté de l'ordre de 99.5% et un Brix de 64, à ce niveau, la raffine est prête à être cristallisée, mais il est intéressant dans un souci d'économie de calories de l'évaporer afin d'augmenter son Brix de 10 points, de 64% à 74%. Cette opération se fait dans des Corps d'Evaporation à Flux Tombant CEFT (CEFT 2400 et CEFT 1600).

La raffine concentrée obtenue a trois destinations différentes:

- ✓ Usine Pains Turbinés PT : La fabrication du pain est basée sur la centrifugation.
- ✓ Usine Pains Coulés PC: La fabrication du pain est basée sur l'égouttage du sirop.
- ✓ Secteur S.T.G : la fabrication du granulé.

### v. La cristallisation

C'est l'opération qui consiste à remettre le sirop qui vient d'être concentré sous forme solide, en utilisant la vapeur et le vide.

Cette étape se fait au niveau de la nouvelle unité STG 2 dans des appareils à cuire discontinus et autres continus appelés VKT.

Le produit issu de la cristallisation est un mélange du sirop et des grains de sucre appelé masse cuite, cette dernière est distribuée par un ragot dans quatre turbines pour séparer le sucre de l'égout.

Le sucre issu du turbinage va passer par un sécheur pour diminuer son pourcentage d'humidité ensuite il va être refroidi et transporté vers un tamis pour séparer la granulométrie.

Les grains de taille entre 0.3 et 0.7 mm sont envoyés vers le conditionnement des lingots et morceaux, les grains de taille inférieure à 0.3mm et supérieure à 0.7 mm sont acheminés vers le secteur de granulé pour être ensaché dans des sacs de 50 kg et des sachets de 2 kg.



## Chapitre 2 : Les résines échangeuses d'ions

### I. Principe

Un échange d'ions est un procédé par lequel les ions contenus dans une solution sont éliminés pour être remplacés par une quantité équivalente d'autres ions de même charge électrique. Le procédé d'échange d'ions peut donc être défini comme un échange réversible d'ions, entre un solide et un liquide, échange qui s'effectue sans modification substantielle de la structure du solide, appelé résine.

La réaction d'échange peut s'écrire comme suit :



R : Résine

X : ion préalablement fixe sur la résine.

Ysol : ion indésirable présent dans la solution à traiter

Y : ion fixé par la résine.

Xsol : ion rejeté dans la solution

### II. Les échangeurs d'ions

#### 1) Types de résines

Les échangeurs d'ions sont constitués de résines qui se présentent sous la forme de poudre ou de billes conditionnées dans des bouteilles.

Plusieurs groupes d'échangeurs d'ions sont à distinguer selon le type d'ions qu'ils sont en mesure de retenir :

- ✓ les échangeurs de cations fortement acides (type acide sulfonique) dits cations forts. Ils fixent tous les cations ( $Ca^{2+}$ ,  $Na^+$ ,  $Mg^{2+}$ ...) ... dans une large gamme de pH et les remplacent par des ions  $H^+$  ;
- ✓ les échangeurs de cations faiblement acides (type acide carboxylique) dits cations faibles. Ils ne fixent les cations qu'en milieu alcalin ou faiblement acide ;
- ✓ les échangeurs d'anions fortement basiques (ammonium quaternaire) dits anions forts. Ils fixent tous les anions, et les remplace par des ions  $OH^-$  ;
- ✓ les échangeurs d'anions faiblement/moyennement basiques (amine secondaire ou tertiaire) dits anions faibles. Ils fixent les anions forts à des pH acides et dans une proportion variable les acides faibles. Ces échangeurs sont moins sensibles aux polluants organiques (mouillants, complexants...) que les échangeurs d'anions fortement basiques,
- ✓ les résines complexantes ou chélatantes. Elles présentent une sélectivité marquée pour toute une série de métaux ;
- ✓ les résines adsorbantes : Se sont des résines macro réticulés ce qui donne une grande porosité à la structure de la résine d'où une capacité d'adsorption surtout pour les



molécules de grande taille.

Bien que ces résines ne soient pas proprement parlées des échangeurs d'ions, elles s'y apparentent de prêt. On peut les classer par polarité décroissante:

- ✓ Adsorbants ionisés, en fait échangeurs fortement basiques utilisés sous la forme de chlorures, par exemple : Amberlite IRA900 Cl utilisé par la COSUMAR pour la décoloration du sirop de sucre ;
- ✓ Adsorbants phénoliques, à fonction phénol ou faiblement basiques ;
- ✓ Adsorbants inertes, copolymères macroporeux de styrène et de DVB à très haute réticulation et forte porosité.

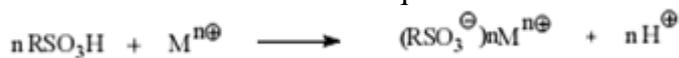
## 2) Caractéristiques des résines échangeuses d'ions

- ✓ Leur type (nature des ions échangés) ;
- ✓ Leur capacité d'échange, nombre de moles de groupes actifs par unité de masse de résine sèche (ou par unité de volume de résine imprégnée de solvant) ; elle est en général de 3 à 6 mol/kg ; Leur granulométrie, exprimée en mesh (nombre de mailles au pouce-carré du tamis correspondant aux perles).

## 3) Mécanisme de l'échange

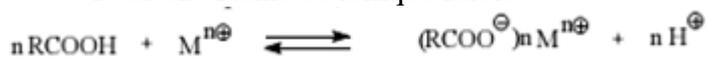
Le processus de l'échange d'ions peut être considéré comme un équilibre chimique. L'étude thermodynamique montre que le déplacement de l'équilibre d'échange va dépendre du type de résine considéré.

- ✓ Pour une résine cationique forte :



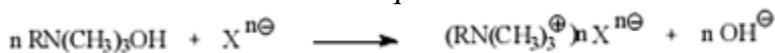
La réaction étant totale, la capacité d'échange ne dépend pas de PH.

- ✓ Pour une résine cationique faible :



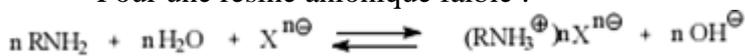
La réaction n'est que partielle, la capacité d'échange dépend donc de PH.

- ✓ Pour une résine anionique forte :



La réaction est totale à tout PH.

- ✓ Pour une résine anionique faible :



L'échange n'est notable qu'en milieu basique.

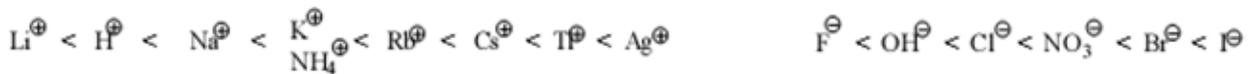
De plus le déplacement de l'équilibre d'échange va également dépendre des ions échangés avec la solution c.à.d. avec l'affinité des ions avec la résine.

Ainsi,

- ✓ L'affinité augmente avec la charge de l'ion :



- ✓ L'affinité augmente avec la taille de l'ion :



Un des grands intérêts des résines réside dans leur possibilité de régénération, conséquence de la réversibilité de l'équilibre chimique d'échange ; il suffira de mettre la résine en présence d'une solution concentrée de son ion actif initial et la résine régénérée servira de nouveau et pour un grand nombre de cycles.

### III. Adsorption

#### 1) Phénomène d'adsorption

« Processus résultant en une accumulation nette d'une substance à l'interface entre deux phases contiguës » (Sposito, 1984).

L'adsorption est un phénomène physico-chimique se traduisant en particulier par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles. L'adsorption, phénomène de surface, est donc à distinguer de l'absorption, phénomène de profondeur.

Il existe cinq types d'interfaces selon la nature des deux phases contiguës gaz/liquide, gaz/solide, liquide/liquide, liquide/solide, solide/solide, et, pour chacun de ces types d'interfaces, on peut distinguer le cas où ces phases sont pures de celui où elles constituent des mélanges.

Le phénomène de base mis en jeu lors de l'adsorption d'un fluide par un solide est un transfert de masse à partir de la phase liquide ou gazeuse vers la surface du matériau adsorbant sur laquelle le composé a tendance à former des liaisons soit covalentes soit ioniques. L'adsorption est donc un processus de surface. Selon la nature des liaisons entre l'adsorbant et l'adsorbant on distingue deux catégories d'adsorption :

- ✓ **La chimisorption** : met en jeu des liaisons covalentes ou ioniques. Ce type d'adsorption met en jeu des énergies importantes de quelques centaines de kilocalories par mole.
- ✓ **La physisorption** : met en jeu des liaisons de type Van der Waals. L'énergie dans ce cas est moins importante qu'en chimisorption. Cependant, les liaisons sont souvent mal connues.

L'adsorption des molécules à la surface du solide peut-être considérée d'une manière simple comme une augmentation de la concentration d'une substance à l'interface solide/fluide (le fluide peut-être un gaz ou un liquide).

L'exploitation pratique de ce phénomène, a donné naissance à une large gamme de procédés industriels de transformations et de traitements des fluides par des charbons actifs, des argiles, des zéolithes, des résines adsorbantes...

#### 2) Les adsorbants

Il existe plusieurs types d'adsorbants utilisés dans beaucoup de procédés industriels.

Le point commun de tous les adsorbants est leur grande porosité.

On distingue des catégories de pores selon les dimensions :

- ✓ Les macropores dont l'ouverture dépasse 1000 Å ;
- ✓ Les pores de passage ou de circulation appelés aussi pores secondaires ou mésopores de dimensions entre 100 et 1000 Å ;
- ✓ Les micropores qui ont des diamètres compris entre 20 Å et 100 Å.

Une autre grandeur est à prendre en considération dans ce phénomène de surface. Il s'agit de la surface spécifique. Cette surface développée par le solide afin de fixer le fluide est de l'ordre de 600 à 1200 m<sup>2</sup>/g pour certains types de charbons actifs elle atteint une valeur extrême de 1600 m<sup>2</sup>/g.

Parmi ces adsorbants on a :



✓ **Le charbon actif :**

Le charbon actif est la forme de charbon le plus poreux, capable d'adsorber efficacement divers composés organiques et il est employé de ce fait dans les installations d'épurations des eaux.

Le charbon actif contient du carbone graphitique microcristallin (diamètre de pore égal à environ 30 °A). Les grains ne tiennent ensemble que par quelques rares points de contact, ce qui confère au produit une porosité extraordinaire, les pores ont quelques °A à quelques centaines de °A de largeur.

✓ **Le noir animal :**

On peut rapprocher des charbons actifs le noir animal utilisé pour la décoloration des vins et dans le raffinage du sucre. Le noir animal est obtenu par la carbonisation d'os en l'absence d'air, après en avoir extrait les matières grasses par des solvants. Le produit de la carbonisation, concassé puis tamisé, contient 9 à 10 % de carbone et 75 à 82 % de phosphate tricalcique. Sa surface spécifique est de l'ordre de 120 m<sup>2</sup>/g. il a conservé la structure poreuse des os utilisés pour sa préparation.

✓ **Gel de silice :**

Les gels de silice sont préparés par précipitation de silice sous forme d'un hydrogel, en faisant agir un acide (chlorhydrique ou sulfurique) sur une solution de silicate de sodium. Le précipité de silice est lavé pour éliminer le sel de sodium formé, puis séché à température convenable, on obtient un xérogel de silice, simplement appelé gel de silice.

Selon les conditions opératoires, on obtient des gels mésoporeux ou microporeux, dont les rayons moyens de pores peuvent varier de 8 à 2 nm (80 à 20 °A) et les surfaces spécifiques de 350 à 800 m<sup>2</sup>/g. Ces adsorbants, à l'inverse des charbons actifs, sont très hydrophiles, avant tout usage, ils doivent être déshydratés par chauffage à l'air vers 120°C.

✓ **Polymères poreux (résines adsorbantes) :**

En dehors des résines échangeuses d'ions dont le domaine d'application est bien connu, il existe divers polymères non ioniques, utilisables comme adsorbants essentiellement hydrophobes :

- Copolymères styrène-divinylbenzène,
- Polyacrylates réticulés, qui sont des polymères macroréticulés, se présentant sous forme de grains sphériques de 0,5 à 1,5 mm de diamètre, avec des surfaces spécifiques pouvant atteindre 750 m<sup>2</sup>/g.

L'application de ces adsorbants se développe surtout dans le traitement des eaux où il est possible qu'ils concurrencent, dans certains cas, les charbons actifs. Ces résines adsorbantes sont aussi utilisées dans le domaine du raffinage du sucre comme adsorbantes des colorants.



### Chapitre 3 : Description de l'unité de décoloration

COSUMAR possède une unité de décoloration constituée de 2 installations distinctes, chacune d'elles est composée de 3 colonnes de résines avec des capacités différentes.

La décoloration du sirop de sucre se base sur le passage à travers une résine anionique fortement basique de type Cl de manière à retenir le maximum de macromolécules colorantes par effet d'adsorption et d'échange d'ions.

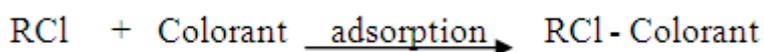
La durée totale d'un cycle « production, régénération, rinçage » dépend surtout de la marche de l'usine et de la disponibilité des différents fluides (eaux sucrées, commune filtrée).

#### I. Propriétés de la résine utilisée (voir tableau ci-dessous)

La résine utilisée est l'AMBERLITE IRA 900Cl, c'est une résine anionique fortement basique, avec un fort potentiel d'adsorption (85% adsorbante et 15% échangeuse d'anions). Cette résine est un échangeur d'anions fortement basique de type 1 à structure polystyréniques macro réticulée. La basicité des groupements fonctionnels permet l'élimination de tous les anions y compris ceux faiblement dissociés telle que la silice.

Caractérisée par une stabilité physique exceptionnelle et une très bonne cinétique d'échange, l'AMBERLITE IRA 900 Cl est particulièrement recommandée pour le traitement de condensats.

La structure macro réticulée à larges pores de l'AMBERLITE IRA 900 Cl liée à la forte basicité des groupements fonctionnels permet l'élimination des molécules organiques à haut poids moléculaire, qui s'infiltrent à l'intérieur des pores : il s'agit du phénomène d'adsorption. Elle est donc également utilisée en décoloration de jus sucrés et en tant que piège à matières organiques en tête d'une chaîne de déminéralisation.



#### PROPRIÉTÉS

Squelette _____	Copolymère styrène divinylbenzène
Groupements fonctionnels _____	-N <sup>+</sup> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>
Aspect physique _____	Billes de couleur ivoire
Forme ionique livrée _____	Cl <sup>-</sup>
Capacité d'échange totale <sup>(1)</sup> _____	≥ 1,0 eq/L (forme Cl <sup>-</sup> )
Rétention d'humidité <sup>(1)</sup> _____	58 à 64 % (forme Cl <sup>-</sup> )
Densité _____	1,050 à 1,080 (forme Cl <sup>-</sup> )
Poids à l'expédition _____	700 g/L
Distribution granulométrique	
Moyenne harmonique _____	650 à 820 µm
Coefficient d'uniformité _____	≤ 1,8
< 0,300 mm <sup>(1)</sup> _____	0,5 % max
> 0,180 mm _____	3,0 % max

#### II. Description de la station 35

C'est la première station de résines utilisées pour la décoloration sirops dans COSUMAR, elle était installée en Mars 1992, et fonctionne avec un débit de 35m<sup>3</sup>/h.

cette unité travaille en série , c.à.d. que le sirop entre dans la première colonne et ensuite sort pour



rentrer dans la deuxième en vu de compléter le processus de décoloration, on dit que la première colonne est en phase de production et la 2<sup>ème</sup> est en phase de finition, tandis que la 3<sup>ème</sup> est en régénération ou en attente.

Lorsque la résine de la colonne de tête (celle en production) est saturée, elle passe en régénération, la colonne de finition passe en production et la colonne qui était en régénération ou en attente, passe en finition et ainsi de suite.

Chacune des colonnes comporte deux compartiments, haut et bas, contenant chacun 4500 litres de résine échangeuse, et séparées par 3 plateaux de buses en polypropylène qu'on appelle crépines. Ces derniers assurent la répartition des fluides et empêchent la résine de passer avec le sirop décoloré qui va être dirigé vers la sortie de la colonne.

### III. Description de la station 110

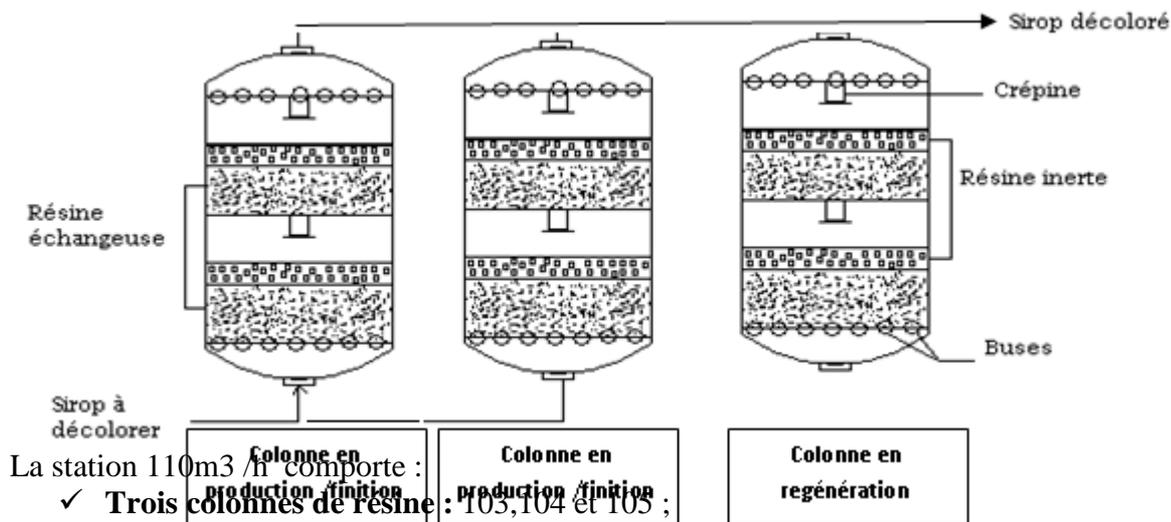
Les 3 colonnes 110 sont identiques et ont la même composition que les colonnes 35, la seule différence réside dans la dimension et ainsi les volumes de résine et du débit utilisé, et en fin le régime de marche qui a été modifié pour les colonnes 110 en passant du régime en série, pour le quel les colonnes ont été conçues, avec un débit de 110m<sup>3</sup>/h, au régime en parallèle avec un débit de 70m<sup>3</sup>/h, à cause du besoin excessif en série.

Comme ça on aura à la sortie des colonnes un débit de 140m<sup>3</sup>/h selon une marche normale, au lieu de 110m<sup>3</sup>/h.

#### 1) Caractéristiques des colonnes 110

Débit	70 M3/H
Type de résine	Anionique fortement basique (85% adsorbante et 15% échangeuse d'anions)
Volume de résine compartiment supérieur	13500 litres
Volume de résine compartiment inférieur	13500 litres
Volume total de résine	27000 litres
Passage du sirop	De bas en haut
Passage du régénérant	De haut en bas
Temps de production	26 heures environ par cycle
Type résine inerte	Amberlite RF 14
Volume par colonne	5600 Litres

## 2) Schéma de l'installation



- Bacs des eaux récupérées : pour stocker les eaux récupérées lors des étapes de rinçage.
- Bacs des eaux sucrées : il est utilisé pour un stockage des eaux sucrées récupérées lors du 2<sup>ème</sup> désucrage et le 1<sup>er</sup> ensucrage.
- Bacs du sirop à décolorer : il est utilisé pour un stockage temporaire de la commune carbonatée et filtrée afin de maîtriser le débit de décoloration.
- Bacs du sirop décoloré : stockage temporaire pour régler le débit d'envoi du sirop décoloré vers le service d'évaporation.

### ✓ Les adoucisseurs :

La station est équipée d'adoucisseurs d'une façon alternative, lorsque l'un est en production l'autre sera en régénération. Ils sont utilisés pour traiter l'eau utilisée dans la station soit pour les rinçages, soit pour la dilution des solutions régénérantes.

### ✓ Les filtres :

La station est équipée de deux tamis de sécurité. L'un est placé à l'entrée des colonnes pour éviter le passage des matières en suspension qui pourront polluer la résine. L'autre est placé à la sortie des colonnes pour arrêter les résines de passer avec le sirop décoloré.

### ✓ La fosse à saumure :

Elle est destinée à la préparation de la saumure fraîche et de la saumure basique.

En effet, une solution sursaturée est préparée dans le premier compartiment, passe dans le deuxième où il y a l'accumulation de la saumure fraîche à une concentration de 300 g/l, la saumure fraîche passe dans le troisième compartiment, là on y ajoute de la NaOH pour avoir une saumure basique de 300 g/l en NaCl et 30% de NaOH. Pour se clarifier, la saumure basique passe au quatrième compartiment qui contient trois cellules de décantation.

### ✓ Le filtre à sable :



Il est utilisé pour filtrer tous les régénérant qui vont vers les colonnes (saumure acide et la saumure basique).

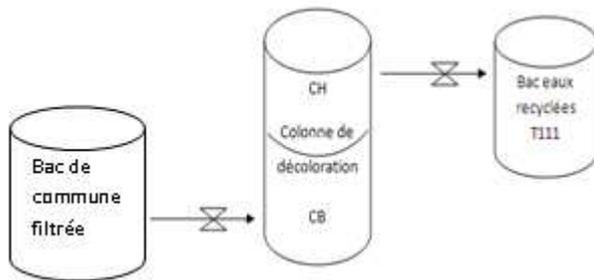
#### IV. Les séquences de décoloration

##### 1) Détassage

Il se fait grâce à un courant d'eau chaude ascendant pour détasser la résine et éliminer les déchets et grands débris qui y sont collés.

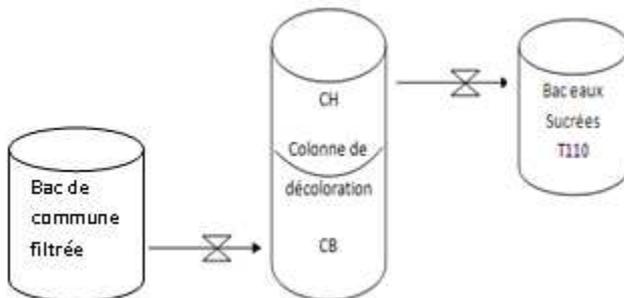
##### 2) Ensucrage 1

C'est le faite d'entrer la commune filtrée dans la colonne de bas en haut ,mais le premier volume entré sert seulement à pousser l'eau existant dans la colonne et le faire sortir. L'eau récupérée est recyclée.



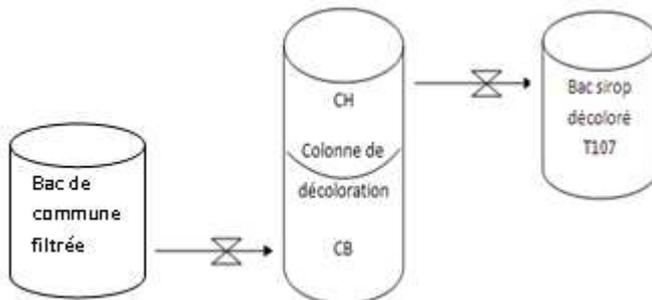
##### 3) Ensucrage 2

On continue à introduire le sirop pour chasser l'eau, mais cette fois ci on va récupérer une eau sucrée.



##### 4) Production

Dans cette étape la colonne réalise la décoloration par adsorption.

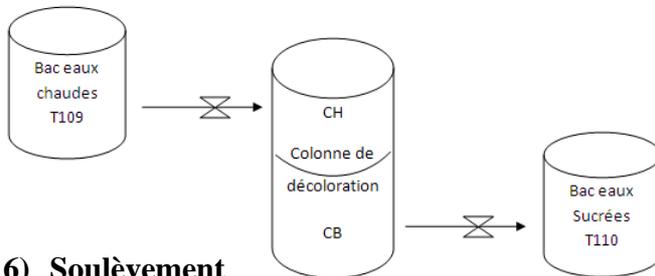


##### 5) Désucrage





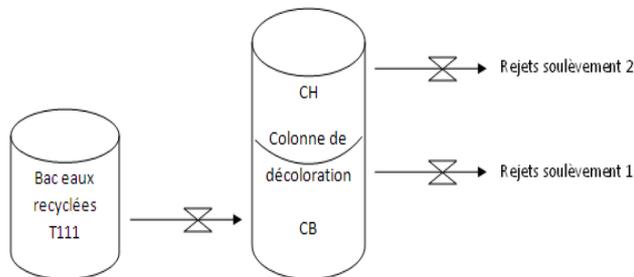
Après la décoloration du sirop, on doit laver la colonne pour la préparer à la régénération, et récupérer le sirop l'imprégnant. C'est le rôle de cette étape. Elle est réalisée par 100 m<sup>3</sup> d'eaux chaudes.



### 6) Soulèvement

Son rôle est d'entraîner les débris de résine fins qui sont évacués vers l'extérieur. On effectue un soulèvement faible (à faible débit) et un soulèvement fort (à fort débit) pour les 2 compartiments bas et haut. En brassant les résines, on rompt les chemins préférentiels.

Le soulèvement est effectué par un courant d'eau ascendante recyclée ou chaude.



### 7) Vidange partielle

Il consiste à abaisser le niveau d'eau dans la colonne, en injectant l'air comprimé à 2 bars à la partie supérieure de la colonne.

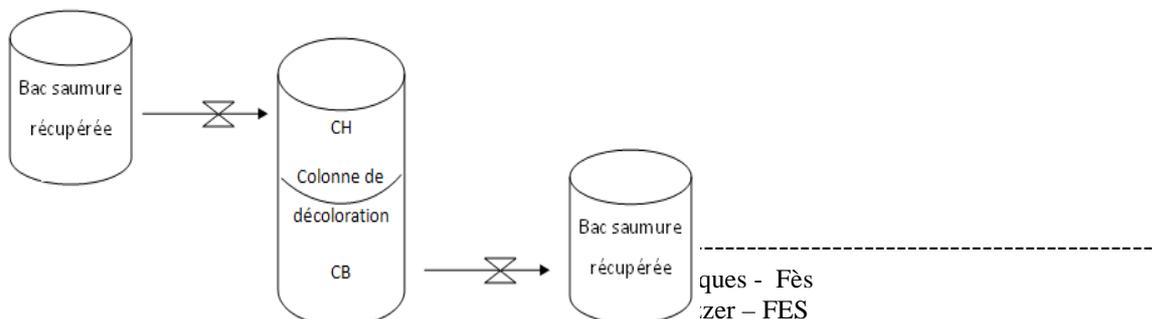
### 8) Purge d'air

Cette purge permet d'abaisser la pression résiduelle d'air comprimé qui servait à la vidange partielle.

### 9) Régénération basique

La régénération a pour rôle de débarrasser la résine des substances organiques et cendres retenus pendant la décoloration. Elle se fait par 50m<sup>3</sup> d'une solution de saumure basique 10% NaCl (90g/l), et 1% NaOH divisée en 3 fractions :

- ✓ Une première fraction récupérée dans le bac d'eaux recyclée car ne contenant pas d'impuretés,
- ✓ La 2<sup>ème</sup> partie vers l'égout car pas assez concentrée en sels,
- ✓ La 3<sup>ème</sup> fraction récupérée dans le bac de saumure récupérée pour être réutilisée, car riche en NaCl et NaOH.





### 10) Déplacement

Cette étape a pour finalité l'élimination de la saumure imprégnée dans la résine par un courant d'eau recyclée ou chaude. On effectue 2 déplacements pour s'assurer que toute la saumure a été éliminée.

Le déplacement 1 est récupéré dans le bac de saumure récupérée.

### 11) Rinçage

Il permet de déplacer vers la neutralisation l'excédent de la saumure basique qui n'a pas été éliminé lors du déplacement 2.

## V. Paramètres de marche des colonnes 110

Les étapes de régénération ainsi que les volumes et débits utilisés sont résumées dans le tableau ci-dessous :

N° de séquence	Opération	Support	Volume (m <sup>3</sup> )	Débit (m <sup>3</sup> /h)	Destination fluide récupéré
1	Détassage	Eaux chaudes	20	60	Rejets
2	Ensucrage 1	Commune filtrée	10	70	Eaux recyclées
3	Ensucrage 2	Commune filtrée	60	70	Eaux sucrées
4	Production	Commune filtrée	1200	70	Sirop décoloré
5	Déssucrage	Eaux recyclées	95	40	Eaux sucrées
6	Soulèvement faible 2	Eaux recyclées	10	34	Rejets
7	Soulèvement fort 1	Eaux recyclées	50	50	Rejets
8	Soulèvement faible 2	Eaux recyclées	10	34	Eaux recyclées
9	Soulèvement fort 2	Eaux recyclées	50	50	Eaux recyclées
10	Vidange partiel	Air comprimé à 2 bars	35		Eaux recyclées
11	Régénération 1	Saumure nano	15	55	Eaux recyclées
12	Régénération 2	Saumure nano	20	55	Rejets
13	Régénération 3	Saumure nano	15	55	Nano
14	Déplacement 1	Eaux chaudes	35	75	Nano
15	Déplacement 2	Eaux chaudes	50	75	Rejets
16	Rinçage	Eaux chaudes	60	90	Eaux recyclées



## Chapitre 3 : Techniques d'analyses utilisées

Pour initier la partie pratique de notre projet, on a eu recours à plusieurs techniques d'analyse qu'on a résumées dans ce chapitre.

### Méthodes d'analyses utilisées :

#### 1) Le Brix :

Le Brix représente la quantité de matières sèches contenue dans 100 g de produit :

$$\text{Brix} = \frac{\text{Matières Sèches}}{\text{Matières Sèches} + \text{Eau}}$$

Il est déterminé par le réfractomètre, appareil qui mesure l'indice de réfraction en donnant un Brix réfractométrique. À noter que la matière sèche désigne l'ensemble de sucre et de non-sucre.

#### 2) La coloration :

On procède à une dilution moitié-moitié de chaque échantillon dont on veut déterminer la coloration. Après la mesure du Brix et du pH, on ajuste ce dernier à 7 avec du HCL dans le cas d'un pH basique, et du NAOH dans le cas d'un pH acide. Une fois ce travail terminé on mesure la densité optique de chaque échantillon à l'aide d'un spectrophotomètre. La lecture étant à une longueur de 420 nm.

$$\text{Coloration} = \frac{\text{D.O.}}{C} \times 1000$$

#### Remarque :

C est déterminé par le Brix dilué à l'aide d'un tableau.

#### 3) Dosage de NaCl :

Avant de procéder à l'analyse on procède à une dilution 1/20 d'un échantillon de 5 ml, puis on prélève 2 ml sur la quelle on ajoute 2 gouttes de chromate de potassium, et on dose par le nitrate d'argent.

$$[\text{NaCl}] \text{ en g/l} = 20 * \text{la tombée de la burette}$$

#### Dosage de NaOH :

Le NaOH est dosé par une solution d'acide chlorhydrique 1N.

On prend un échantillon de 5ml de la solution à doser, on lui ajoute quelques gouttes de phénophtaléine, puis on dose avec HCl.

$$[\text{NaOH}] \text{ en \%} = (\text{la tombée de la burette} * 0.8) / \text{densité}$$



La densité de notre échantillon est mesurée à l'aide d'un densimètre

## Chapitre 4 : traitement du sujet

### I. Plan générale de travail

Dans le cadre de mon projet de fin d'étude, j'étais chargé de chercher des niches d'optimisation dans l'unité de décoloration couplée à la nanofiltration. Pour ce faire, j'ai suivi le plan de travail suivant :

1. Suivi du taux de décoloration des colonnes 110 en fonction des différents paramètres de marche qui a pour but de faire un état d'existant et maîtriser le processus dans sa globalité;
2. Mettre en place une carte de contrôle pour le taux de décoloration en fonctions des cycles (un cycle est égale à l'ensemble des séquences que parcourt la colonne avant d'être rincée) pour visualiser la tendance de la colonne de décoloration en fonction du temps, et déceler d'éventuelle problèmes;
3. Suivi des rejets des colonnes pendant l'étape de régénération, et chercher à maîtriser la fraction récupérée vers la nanofiltration pour être réutilisée dans le processus de régénération, et étudier l'impacte sur la décoloration ;
4. Faire un plan d'expérience (criblage des paramètres et plan d'optimisation) selon les paramètres retenus d'après le suivi du processus ;
5. Interpréter les résultats obtenus et donner les conclusions nécessaires selon l'étude économique;
6. Recommandations et perspectives.

#### Remarque :

La résine des compartiments bas des colonnes ont subies un renouvellement en début Mars 2010 ;  
Le suivi a été fait essentiellement sur la colonne 105 en raison de la longueur du cycle.



## II. Suivi des paramètres de décoloration

Le suivi a porté sur les paramètres coloration, et débit de la colonne.

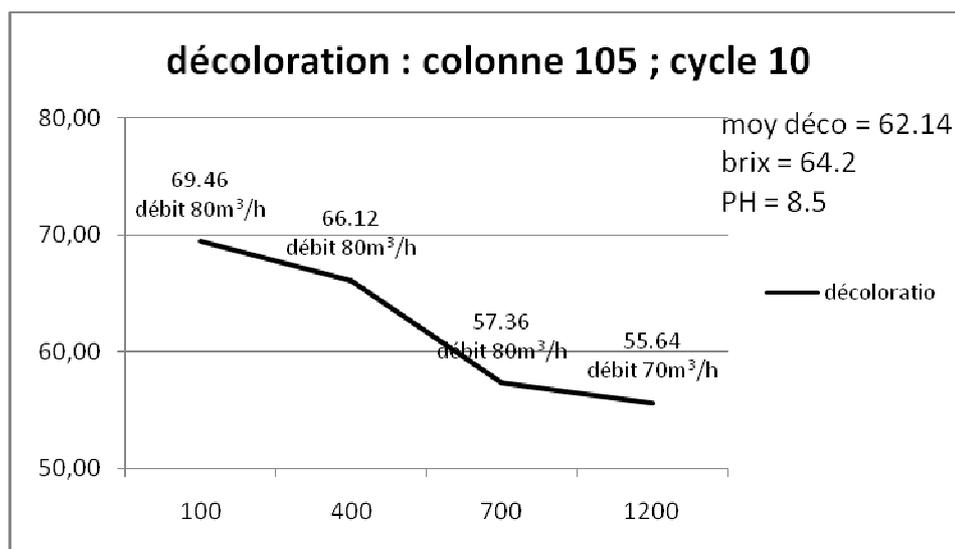
Les paramètres d'entrée de la colonne sont :

- ✓ Brix d'entrée = 64°
- ✓ PH CF = 8.6
- ✓ Température CF = 86°C

### 1) Méthodologie

4 échantillons à l'entrée et à la sortie des colonnes ont été pris au début, milieu et fin de cycle.

Les résultats nous ont permis de tracer des courbes qui illustrent la variation du taux de décoloration en fonction du temps et du débit de la colonne.



Exemple de courbe de suivi du taux de décoloration en fonction du volume passé

Les tableaux ainsi que les courbes sont regroupés dans l'annexe N°1 et 2.

**Remarque :** le Brix pris dans les tableaux est celui mesuré à dilution 1/2 et qui nous donne la concentration du sirop qui rentre dans le calcul de la coloration.

### 2) Interprétations des résultats et conclusions

A partir de ce suivi on a eu les conclusions suivantes :

- ✓ le taux de décoloration diminue en fonction du volume passé et a un maximum de 84.88 et un minimum de 34.46, et cela peut être expliquée par la saturation de la résine au fur



et à mesure du traitement du sirop. la remarque est que le taux minimal est très faible et cela est peut être du à la charge que la colonne a subit après le renouvellement de la résine car on dépassait parfois les 1800 m<sup>3</sup> du volume traité.

- ✓ le débit influence négativement sur la qualité de décoloration de la colonne quand on dépasse les 70 m<sup>3</sup>/h en début de cycle, car le temps de séjour du sirop à l'intérieur de la colonne diminue ne laissant donc pas beaucoup de temps au sirop pour se décolorer ;
- ✓ le travail avec un débit stable le long du cycle donne une bonne moyenne de décoloration qui dépasse 70 %, et stabilise les pressions à l'intérieure des colonnes le moment de la production;
- ✓ le taux de décoloration augmente avec la coloration de la commune filtrée. plus l'entrée est colorée plus le taux est grand. on peut expliquer cela du fait qu'il y a un fort gradient de concentration entre la résine et le sirop à décolorer.

### III. Carte de contrôle et comparaison des 2 unités de décoloration

L'idée de faire un suivi chronologique est venu du faite qu'on n'a pas de données chiffrées sur la capacité de marche de l'unité 110 en marche, tous ce qu'on a se limitent aux valeurs du taux de décoloration pour le mélange du sirop données par les 2 unités 110 et 35.

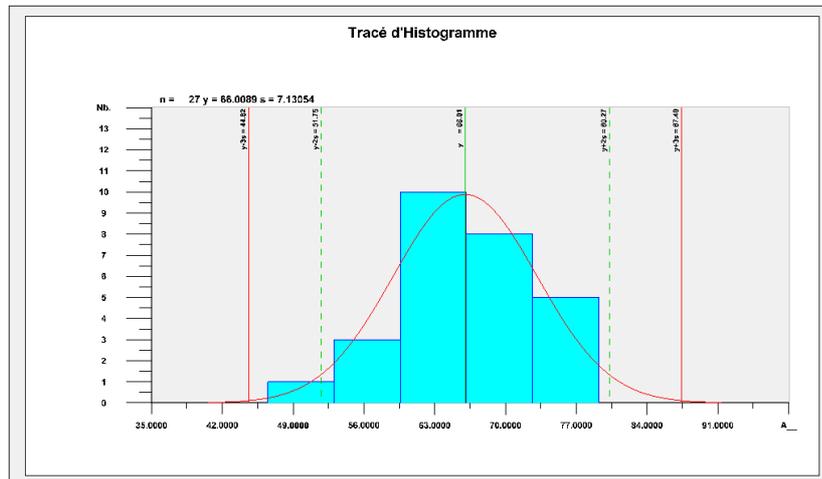
Cette analyse va donc nous permettre d'avoir une idée sur la capacité de décoloration de cette unité, sur l'impacte de la régénération acide faite chaque 10 cycles sur la qualité de décoloration ainsi qu'une comparaison entre les 2 unités 110 et 35.

#### 1) carte de contrôle

La première chose à faire est de vérifier la normalité des valeurs obtenues avant même de tracer une carte pour le contrôle.

L'histogramme suivant montre qu'on a affaire à une distribution normale (Logiciel Lumière)

:



Cela est appuyé par le test de SHAPIRO ET WILK (logiciel Lumière):

<b>Statistique Calculée</b>	<b>Loi</b>	<b>Confiance %</b>	<b>Risque (alpha)%</b>
0.9757	NORMALE	23.2501	76.7499

**La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.**

La distribution a les caractéristiques suivantes (Logiciel Lumière) :

<b>Moyenne</b>	<b>Ecart-type</b>	<b>Lsi</b>	<b>Lss</b>	<b>Lci</b>	<b>Lcs</b>
----------------	-------------------	------------	------------	------------	------------



65.8637

7.3631

55.9140

75.8134

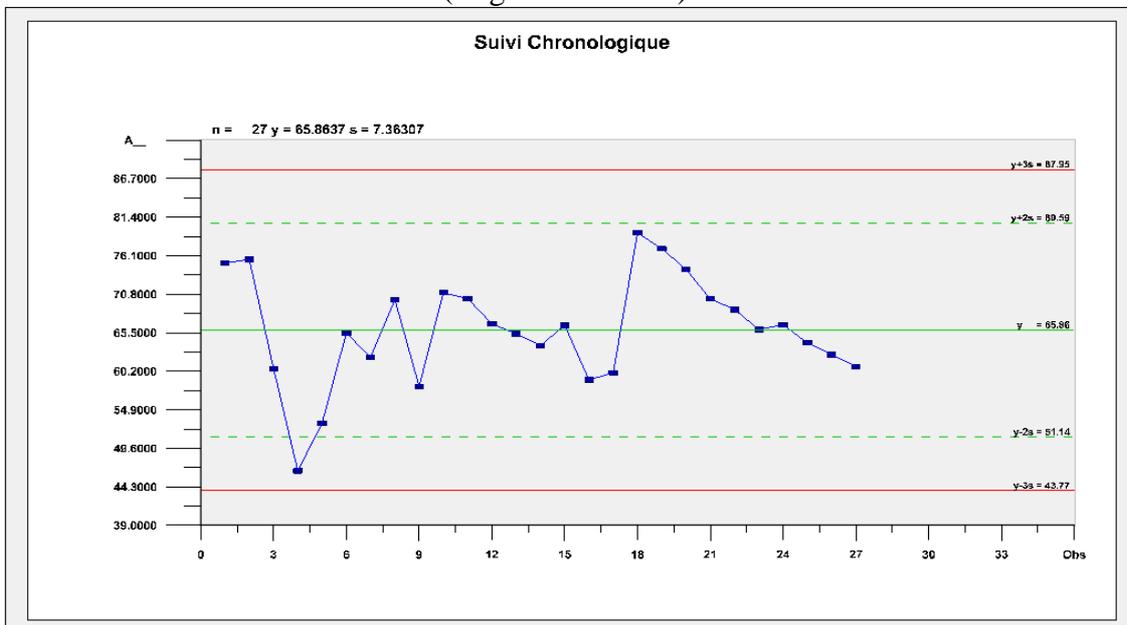
49.2366

82.4908

D'après ces valeurs on remarque que :

- ✓ On a un point aberrant (valeur 46.51) expliqué par la valeur élevée du débit ( $80 \text{ m}^3/\text{h}$ ), ce qui veut dire que le processus est encore améliorable et doit être contrôlé ;
- ✓ Le taux de décoloration moyen pour un mois est de 66%, une valeur qui est très médiocre puisque la colonne est sensée atteindre un taux moyen de 80%. Et cela est dû à la grande variabilité du procédé (écart type de 7.36) qu'il faut améliorer en diminuant l'écart type par les actions suivantes :
  - Fixer le débit à une valeur maximale de  $70 \text{ m}^3/\text{h}$  ;
  - Optimiser l'étape de régénération de la résine car c'est elle qui détermine la qualité de la résine au moment de la production.

La courbe du suivi est la suivante (Logiciel Lumière) :



On remarque bien que :

- ✓ Il ya une grande variabilité dans les 6 premiers points, et cela peut être expliqué par le fait qu'il y avait beaucoup de changement dans le débit vu la non stabilité du processus causée par les travaux de renouvellement de la résine ;
- ✓ Le procédé s'est stabilisé quand on a fixé le débit à  $70 \text{ m}^3/\text{h}$  (à commencer du 10 point).

### Conclusion importante

On gagne 20 points pour le taux de décoloration après chaque régénération acide (voir courbe ci-dessus : on passe de 60% à 79% et la 2<sup>ème</sup> fois de 60% à 81%), ce qui montre l'efficacité de la régénération acide dans le processus de décoloration sur résine.

## 2) Comparaison des 2 unités 35 et 110

Les données de laboratoire qu'on a sur le taux de décoloration du mélange dont les échantillons sont pris chaque 4h, ont servis pour comparer l'efficacité des 2 unités de décoloration.

Les mesures de 130 échantillons sont analysées statistiquement, et en voici les résultats (Logiciel Lumière):



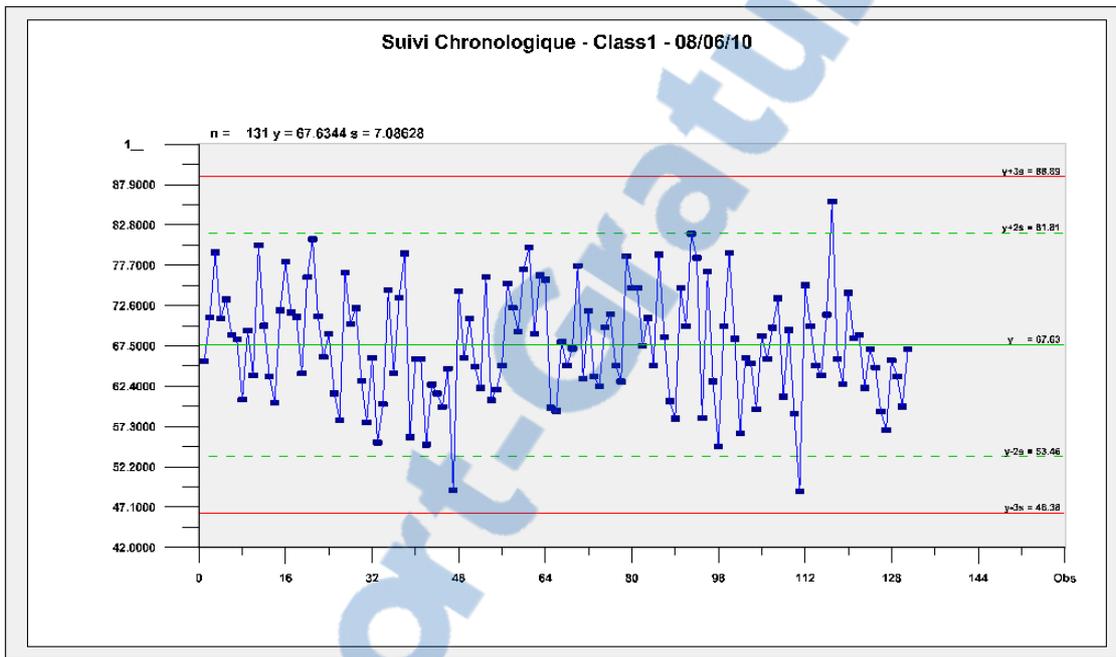
**Test de Normalité : CHI2**

<b>Moyenne Standard</b>	<b>Ecart-Type Standard</b>	<b>Nombre de Classes</b>	<b>Largeur (classe)</b>
67.6385	7.1135	11	3.3327
<b>D.D.L.</b>	<b>Loi</b>	<b>Confiance %</b>	<b>Risque (alpha)%</b>
8	CHI <sup>2</sup>	36.3088	63.6912

**La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.**

On remarque bien que la moyenne de décoloration pour le mélange pendant le même mois d'Avril est de 67.63, tandis que celui de l'unité 110 seule est de 66%.

La courbe du suivi pour le mélange est la suivante (Logiciel Lumière) :



Les limites de contrôle et de surveillance sont :

<b>Moyenne</b>	<b>Ecart-Type</b>	<b>Lsi</b>	<b>Lss</b>	<b>Lci</b>	<b>Lcs</b>
67.6344	7.0863	54.1294	81.1395	46.1053	89.1635

**Remarque**

- ✓ Sur 130 mesures seules 3 qui sont hors les limites de surveillance, et on a une bonne répartition autour de la moyenne, ce qui veut dire que la procédé est sous contrôle statistique, mais doit être contrôlé ;
- ✓ Les valeurs des paramètres statistiques pour l'unité 110 et le mélange sont très proches entre eux.

On a décidé de faire un test pour comparer les 2 moyennes, et voici les résultats du test (Logiciel Lumière):

<b>Statistique Calculée</b>	<b>Confiance %</b>	<b>Risque (Alpha)%</b>	<b>Loi</b>
0.3161	24.7647	75.2353	STUDENT



Les 2 moyennes ne sont pas significativement différentes.

Cela veut dire que les caractéristiques du mélange sont les mêmes que ceux de l'unité 110, ce qui implique que l'unité 35 donne les mêmes résultats que celles de l'unité 110 pour avoir l'équilibre.

### 3) Conclusion

D'après ce test de STUDENT on peut conclure, avec un risque de 75.23%, que les 2 unités sont presque équivalentes du côté efficacité.

## IV. Suivi de l'étape de régénération

Le suivi a concerné la sortie des colonnes pendant les étapes : régénération 1, 2, 3 et les déplacements 1 et 2.

Les éluas de la régénération 3 et du déplacement 1 sont récupéré vers la nanofiltration pour subir un traitement et être réutilisés dans la régénération des colonnes de résine.

### 1) Suivi des éluas de régénération et du déplacement

On a fait des prélèvements durant l'étape de régénération (1, 2 et 3) et de déplacement (1 et 2) en répartissant les prises d'échantillons de façon à avoir des courbes selon le volume cumulé.

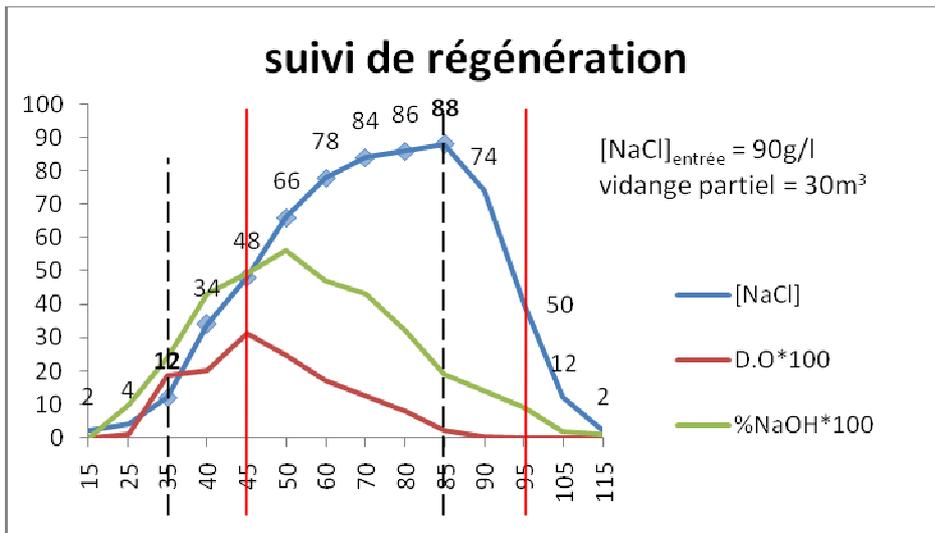
Un premier suivi des concentrations en NaCl, NaOH et la coloration (D.O) a donné les résultats illustrés sur le tableau et le graphe suivants :

Volume Cumulé (m <sup>3</sup> )	Volume de Séquence (m <sup>3</sup> )	Séquence	[NaCl] g/l	D.O*100	%NaOH*
15	15	Fin régénération 1	2	0.072	0
25	10	régénération 2	4	1.3	10
35	20	Fin régénération 2	12	18.6	24
40	5	Régénération 3	34	20.2	43



45	10	Régénération 3	48	31.1	49
50	15	Fin régénération 3	66	24.56	56
60	10	Déplacement 1	78	17	47
70	20	Déplacement 1	84	12.37	43
80	30	Déplacement 1	86	7.88	32
85	35	Fin déplacement 1	88	2.23	19
90	5	Déplacement 2	74	0.466	14
95	10	Déplacement 2	40	0.071	9
105	20	Déplacement 2	12	0.041	2
115	30	Déplacement 2	2	0.022	1





### Remarque

- ✓ La partie récupérée vers la nanofiltration est celle comprise entre les 2 lignes en pointillés noirs, c.à.d. entre le volume 35m<sup>3</sup> et 85m<sup>3</sup>, qui correspond à la régénération 3 + le déplacement 1 ;
- ✓ La courbe est bien calée du côté coloration et NaOH, ca veut dire qu'on récupère la bonne partie ;
- ✓ La courbe est mal calée du côté [NaCl], c.à.d. qu'on a un problème au niveau de récupération.

## 2) Calcul des pertes (à partir de la courbe de régénération si dessus)

### a) Cas de la courbe bien calée : (partie comprise entre les 2 lignes rouges)

Dans le cas où la courbe est bien calée du côté NaCl, on devait avoir :

- [NaCl] entrée=90g/l Ce qui correspond à une quantité entrée = **4.5t**
- Quantité récupérée =  $[5000 \cdot (48 + 86 + 74 + 50) + 10000 \cdot (66 + 78 + 84)] \cdot 0.001 = 3.57t$ ,  
**donc un taux de récupération de 79.33%** ;
- Quantité consommée + perdue =  $4.5 - 3.57 = 0.93t = 20.67\%$ .

Puisque la colonne est censée consommer au maximum 10% de NaCl, on peut estimer donc les pertes en NaCl à **10.67%**, valeur qui est élevée et qui doit être ramenée à une valeur minimale ne dépassant pas 10%, et qui correspond à une perte économique de :

$(4.5 \cdot 0.1067) \cdot 355.71 = 320 \text{ DH/cycle} = 640 \text{ DH/jour} = 10244.5 \text{ DH /mois}$  pour l'unité 110.

Avec :

Matière	Prix d'achat
NaCl	355.71 DH/t



NaOH	4.6 DH/Kg
Eau adoucie	14.1 DH/m <sup>3</sup>

Le volume récupéré de 50 m<sup>3</sup> va être traité dans l'unité de nanofiltration et on aura à la sortie des modules (permeat) le même volume avec la même concentration en sel et NaOH d'entrée, puisque ce procédé laisse passer tout les ions monovalents.

Pour utiliser ce permeat, on doit faire un appoint avec de la saumure fraîche pour retrouver la concentration nécessaire à la régénération et qui est égale à 90g/l.

Puisque la quantité récupérée est de 3.57 tonnes, il nous faut :

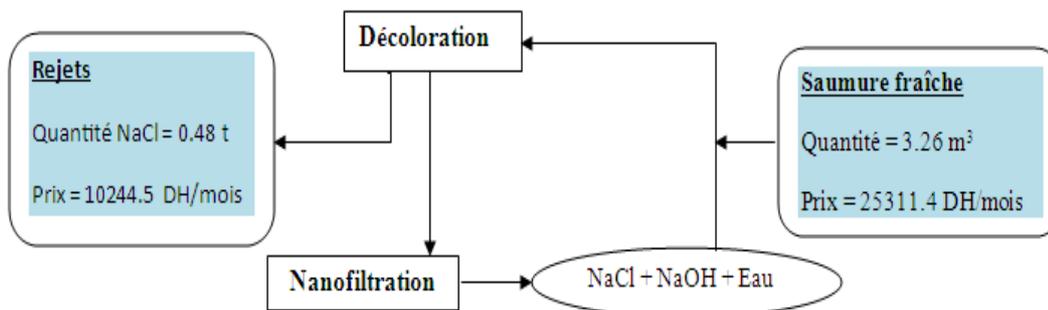
- $4.5 - 3.57 = 0.93\text{t de NaCl}$ ,
- Avec 10% de NaOH :  $0.01 * 0.93 = 0.0093\text{ t} = 9.3\text{ Kg de NaOH}$ .

Cette quantité correspond à un volume d'appoint égale à  $930000 / 300 = 3.26\text{m}^3$ .

Le prix de l'appoint est estimé donc à :

$(0.93 * 355.71) + (9.3 * 4.6) + (3.26 * 14.1) = 421.85\text{ DH / cycle} = 843.7\text{ DH / jour} = 25311\text{ DH / mois}$ .

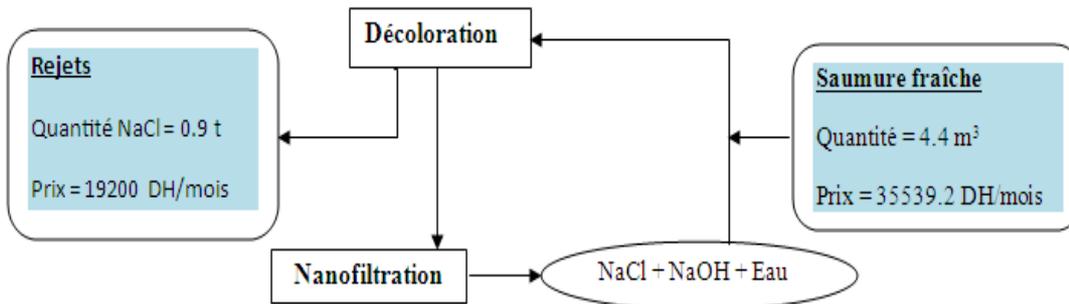
On peut ces calculs dans le schéma suivant :



## b) Cas de la courbe décalée

Le calcul est fait de la même façon, sauf que cette fois ci on prend les concentrations situées entre les lignes en pointillé de la courbe de régénération, pour calculer la quantité récupérée.

Le résultat des calculs est schématisé comme suit :



Le taux de récupération trouvé est de 70.66% avec une quantité de sel récupérée de 3.18 tonnes. Ces valeurs sont médiocres, et c'est ce qui est visualisée par la courbe décalée à gauche puisqu'on a récupéré les concentrations 12 et 34 et on a laissé 74 et 40.

Pour minimiser ces pertes on doit essayer de ramener le taux de récupération à une valeur de 80%, en cherchant les facteurs qui influencent le décalage de la courbe et essayer de trouver le réglage qui donne le minimum de pertes.

La solution choisie est d'appliquer un plan d'expérience pour optimiser le calage de la courbe.

### c) Calcul de pertes

Comme on a pu voir, on a 2 types de pertes, une partie de NaCl qui va vers la mer et l'autre partie correspond à la quantité de NaCl apportée par l'appoint.

On peut résumer les pertes dus au mauvais calage de la courbe en :

**Perte en rejet :**

35539 – 25311 = **10288 DH /mois**

**Perte en appoint :**

19200 – 10244 = **8956 DH /mois**

## V. Optimisation de la régénération par plan d'expérience

### 1) Plan de travail pour régler la problématique

Pour essayer d'optimiser le processus de récupération de NaCl et de décoloration on a choisis d'appliquer la méthodologie des plans d'expériences, à commencer par le plan de criblage des facteurs ensuite mettre en place le plan d'optimisation convenable.

Cette étude a été déjà initiée l'année dernière, par Mr Soufiane Outifa, promotion 2009 du Master CAC ; Agiq, et adjoint responsable unité sirop à la COSUMAR.

### a) Plan de criblage pour les facteurs de régénération (PFE 2009)

#### Facteurs étudiés

Vair	Volume vidange partielle	m <sup>3</sup>	25	17
C <sub>NaCl</sub>	[NaCl]	g/l	90	70



Qr1	Débit régénération 1	m <sup>3</sup> /h	75	65
Qr2	Débit régénération 2	m <sup>3</sup> /h	75	65
Qr3	Débit régénération 3	m <sup>3</sup> /h	75	65
Vr1	Volume régénération 1	m <sup>3</sup>	26	18
Vr2	Volume régénération 2	m <sup>3</sup>	17	10
Vr3	Volume régénération 3	m <sup>3</sup>	10	5
Qd1	Débit déplacement 1	m <sup>3</sup> /h	50	45

La réponse :

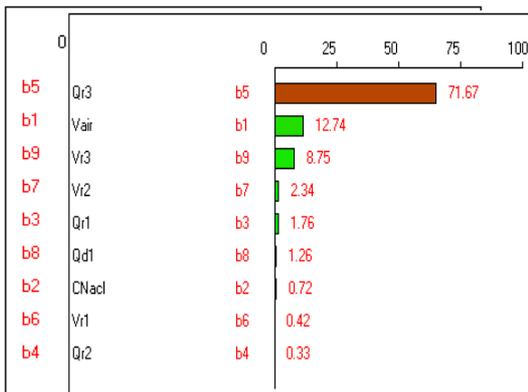
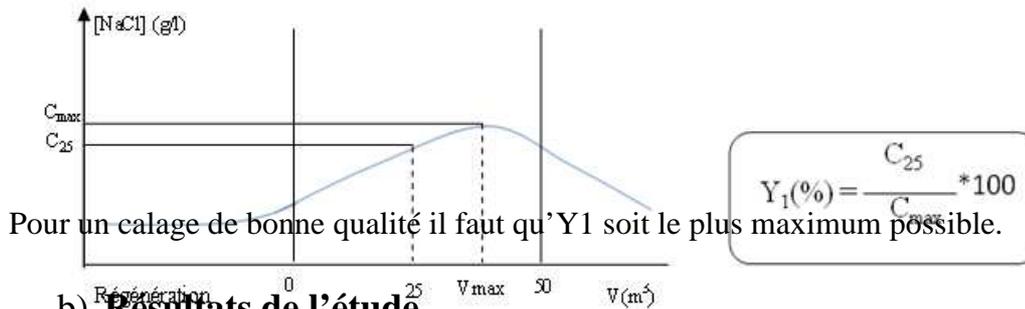


Diagramme des effets Pareto

Diagramme de

D'après ces résultats, les facteurs influents sont :

- ✓ Vidange partielle qui influence positivement;
- ✓ Volume de régénération 3 qui influence négativement ;
- ✓ débit de régénération 3 qui influence positivement.

**Remarque importante :**

- ✓ Le débit a été fixé sur sa valeur maximale, valeur qui ne peut être dépassé pour la sécurité des instruments de travail.
- ✓ Une étude des volumes de régénération a été faite en été 2009 par une étudiante de SUPAGRO, a donné que les volumes ont été réglés de tel façon à récupérer le maximum de NaCl, volumes avec les quelles on travaille maintenant. En plus on est contraint par la nanofiltration qui exige un volume fixe de 50m<sup>3</sup> à traiter, ce qui nous a poussé à abandonner le facteur volume de régénération 3, qui à notre avis n'as pas beaucoup d'influence comparée à d'autres facteurs tel que la vidange partielle, qui a été démontrée avec une étude en parallèle qu'il influence grandement le taux de récupération

**2) Mise en place du plan d'expérience**

On a décidé d'ajouter 2 facteurs en plus de la vidange partielle, et qui sont :



- ✓ Trempage : on sait que pendant l'étape de production, le sirop entre du bas de la colonne, donc la résine du compartiment bas est plus usée par rapport à celle du haut, et puisque la régénération se fait à contre courant (du haut vers le bas), on a voulu faire un trempage de la saumure au milieu du déplacement 1 (où la  $[\text{NaCl}]$  est maximale) pendant une période de 10 à 30 min, pour que la résine du compartiment bas profite de la concentration élevée en  $\text{NaCl}$  de la saumure ;
- ✓  $[\text{NaCl}]$  : puisque le trempage est lié à la concentration en  $\text{NaCl}$ .

### a) Les facteurs

En conclusion on aura 3 facteurs pour l'optimisation :

1. volume de la vidange ;
2. temps de trempage ;
3.  $[\text{NaCl}]$ .

### b) Les réponses

Les réponses choisies sont :

1. Déplacement de la courbe qui est égale à  $100 - Y_1$  ;
2. taux de récupération de  $\text{NaCl}$  : calculé à partir de la courbe de régénération, qui servira pour le calcul de l'étude économique ;
3. taux de décoloration de la colonne régénérée au début du cycle.

## 3) Plan choisi et matrice d'expérience

Le plan choisi est le plan composite centré avec 3 points au centre, parce qu'il est facile dans le réglage puisqu'on n'a pas besoin de valeurs avec la virgule.

La matrice d'expériences générée par le Logiciel Nemrod est la suivante :

N° Exp	X1	X2	X3
1	-1.0000	-1.0000	-1.0000
2	1.0000	-1.0000	-1.0000
3	-1.0000	1.0000	-1.0000
4	1.0000	1.0000	-1.0000
5	-1.0000	-1.0000	1.0000
6	1.0000	-1.0000	1.0000
7	-1.0000	1.0000	1.0000
8	1.0000	1.0000	1.0000
9	-1.0000	0.0000	0.0000
10	1.0000	0.0000	0.0000
11	0.0000	-1.0000	0.0000



12	0.0000	1.0000	0.0000
13	0.0000	0.0000	-1.0000
14	0.0000	0.0000	1.0000
15	0.0000	0.0000	0.0000
16	0.0000	0.0000	0.0000
17	0.0000	0.0000	0.0000

**a) Domaine expérimentale**

I) U	II) Facteur	III) Unité	IV) Centre	V) Pas de variation
VI) U1	VII) vidange partielle	VIII) m <sup>3</sup>	IX) 30.00	X) 5.00
XI) U2	XII) temps de trempage	XIII) min	XIV) 20.00	XV) 10.00
XVI) U3	XVII) [NaCl]	XVIII) g/l	XIX) 90.00	XX) 10.00

**b) Réponses expérimentales**

XXI) Y	XXII) Réponse	XXIII) Unité
XXIV) Y1	XXV) taux de récupération	XXVI) %
XXVII) Y2	XXVIII) taux de déplacement	XXIX) %
XXX) Y3	XXXI) taux de décoloration	XXXII) %

**c) Réalisation des essais**

Durée de l'essai : 1 jour.  
 Date début des essais : le 29/04/2010.  
 Date fin des essais : le 21/05/2010.

**Chapitre 7 : Interprétation des résultats et conclusion**

L'exécution du plan d'expérimentation a donné les résultats suivants :

**I. Plan d'expérimentation avec les réponses**

XXXIII) Exp	XXXIV) and	XXXV) idan ge parti elle	XXXVI) emps de XXXVII) rempa ge	XXXVII) Na Cl]	XXXIX) aux de XL) récup ération	XLI) Taux de XLII) dépla cement	XLIII) Taux de XLIV) décol oration
XLV)	XLVI)	XLVII)	XLVIII)	XLIX) g	L) %	LI) %	LII) %



		3	in	/l					
LIII) 1	LIV) 6	LV) 2	LVI) 10.	LVII) 8	LVIII) 62.50	LIX) 15.79	LX) 71.90		
		5.00	00	0.0					
				0					
LXI) 2	LXII) 1	LXIII) 3	LXIV) 10.	LXV) 8	LXVI) 78.50	LXVII) .63	LXVIII) 4.56		
	7	5.00	00	0.0					
				0					
LXIX) 3	LXX) 1	LXXI) 2	LXXII) 0.00	LXXIII) 0.0	LXXIV) 3.55	LXXV) 5.00	LXXVI) 2.64		
		5.00							
				0					
LXXVII) 1	LXXVIII) 5.00	LXXIX) 0.00	LXXX) 0.0	LXXXI) 7.50	LXXXII) .56	LXXXIII) 5.88	LXXXIV) 5.88		
				0					
LXXXV) 4	LXXXVI) 5.00	LXXXVII) 0.00	LXXXVIII) 0.00	LXXXIX) 00.	XC) 61.00	XCI) 15.55	XCII) 77.32		
				00					
XCIII) 6	XCIV) 1	XCIV) 3	XCVI) 10.	XCVII) 00.	XCVIII) 2.80	XCIX) 2.22	C) 81.10		
	3	5	00	00.					
				00					
CI) 7	CII) 4	CIII) 2	CIV) 30.	CV) 1	CVI) 59.20	CVII) 15.00	CVIII) 80.40		
		5.00	00	00.					
				00					
CIX) 8	CX) 1	CXI) 3	CXII) 30.	CXIII) 1	CXIV) 78.40	CXV) 2.08	CXVI) 84.27		
	2	5.00	00	00.					
				00					
CXVII) 0	CXVIII) 6	CXIX) 5.00	CXX) 00	CXXI) 0.0	CXXII) 8.40	CXXIII) 6.27	CXXIV) 5.43		
				0					
CXXV) 0	CXXVI) 6	CXXVII) 5.00	CXXVIII) 0.00	CXXIX) 0.0	CXXX) 8.22	CXXXI) .27	CXXXII) 8.33		
				0					
CXXXIII) 1	CXXXIV) 0.00	CXXXV) 0.00	CXXXVI) 0.00	CXXXVII) 0	CXXXVIII) 2.66	CXXXIX) .10	CXL) 76.00		
CXLI) 1	CXLII) 0	CXLIII) 0.00	CXLIV) 0.00	CXLV) 0.0	CXLVI) 4.00	CXLVII) .66	CXLVIII) 7.42		
				0					
CXLIX) 3	CL) 2	CLI) 3	CLII) 20.	CLIII) 8	CLIV) 76.75	CLV) 10.00	CLVI) 74.70		
		0.00	00	0.0					
				0					
CLVII) 4	CLVIII) 0.00	CLIX) 3	CLX) 20.	CLXI) 1	CLXII) 1.40	CLXIII) .00	CLXIV) 3.70		
		0.00	00	00.					
				00					
CLXV) 5	CLXVI) 0.00	CLXVII) 0.00	CLXVIII) 0.00	CLXIX) 0.0	CLXX) 5.77	CLXXI) 1.62	CLXXII) 6.92		
				0					
CLXXIII) 0	CLXXIV) 0.00	CLXXV) 0.00	CLXXVI) 0.00	CLXXVII) 0.0	CLXXVIII) 5.77	CLXXIX) 1.62	CLXXX) 6.92		
				0					



6		0.00	0.00	0.0	1.55	.52	5.88
CLXXXI)	CLXXXI	CLXXXIII	CLXXXIV)	CLXXXV	CLXXXVI)	CLXXXVII)	CLXXXVIII)
7	5	0.00	0.00	0.0	5.77	1.62	6.48

## II. Analyse des résultats

Le traitement est fait à l'aide du Logiciel Nemrod.

### 1) Estimations et statistiques des coefficients

CLXXXIX) Réponse CXC) Statistique		CXCI) Taux de déplacement	CXCII) aux de récupération	CXCIII) aux de décoloration
CXCIV) Ecart Type de la réponse		CXCV) .936	CXCVI) .776	CXCVII) .830
CXCVIII) R2		CXCIX) .986	CC) 0.893	CCI) 0.975
CCII) R2A		CCIII) 0.969	CCIV) 0.756	CCV) 0.942
CCVI) R2 pred		CCVII) .953	CCVIII) .233	CCIX) 0.865
CCX) PRESS		CCXI) 21.203	CCXII) 17.944	CCXIII) 5.708
CCXIV) Nombre de degrés de liberté		CCXV) 7	CCXVI)	CCXVII)

Les R2 du taux de déplacement et de décoloration sont tous supérieurs à 97% (respectivement 98.6 et 97.5%) ce qui veut dire que plus de 97% de l'information est expliquée par la régression, c.à.d. qu'il n'y a pas un grand écart entre ce qui est prédit et ce qui est réel.

Le R2 pour le taux de récupération n'est pas assez grand (89.3) mais acceptable.

CCXX) Coefficient de déplacement	CCXXI) Coefficient de récupération	CCXXII) Coefficient de décoloration	CCXXIII) Signification % de déplacement	CCXXIV) Signification % de récupération	CCXXV) Signification % de décoloration
CCXX) 0	CCXXI) 10.347	CCXXII) 73.587	CCXXIII) 77.030	CCXXIV) 0.01 ***	CCXXV) 0.01 ***
CCXXI) 1	CCXXII) -6.585	CCXXIII) 8.077	CCXXIV) 1.645	CCXXV) 0.01 ***	CCXXVI) .0352 ***
CCXXII) 2	CCXXIII) -0.099	CCXXIV) 0.519	CCXXV) 0.973	CCXXVI) 7.8	CCXXVII) .768 **
CCXXIII) 3	CCXXIV) -0.213	CCXXV) -2.600	CCXXVI) 3.711	CCXXVII) 0.0	CCXXVIII) .4
CCXXIV) 4	CCXXV) -0.213	CCXXVI) -2.600	CCXXVII) 3.711	CCXXVIII) 0.0	CCXXIX) .4



1	-0.647	0.304	-0.603	9.6	9.4	7.3
1						
CCLX CCLXX)		CCLXXI)	CCLXXII)	CCLXXIII)	CCLXXIV)	8 CCLXXV)
2	-0.537	-4.676	-0.773	8.2	.0	6.9
2						
CCLX CCLXXVII)		CCLXXVIII)	CCLXXIX)	CCLXXX)	CCLXXXI)	6 CCLXXXII)
3	-0.417	1.069	1.717	9.5	5.9	.16 *
3						
CCLX CCLXXXIV)		CCLXXXV)	CCLXXXVI)	CCLXXXVII)	CCLXXXVIII)	CCLXXXIX)
1	0.141	1.919	0.084	8.3	9.2	7.9
2						
CCXC CCXCI)		CCXCII)	CCXCIII)	CCXCIV)	CCXCV)	4 CCXCVI)
1	-0.081	-1.119	0.219	0.7	3.4	8.5
3						
CCXC CCXCVIII)		CCXCIX)	CCC)	CCCI) 94.9	CCCII)	5 CCCIII)
2	0.021	-0.781	0.524		8.2	1.5
3						

Le test de Student montre bien que pour :

- ✓ Le taux de déplacement et de récupération, seul le facteur b1 (vidange partielle) qui a une signification c.à.d. c'est le seul facteur qui influence clairement le déplacement et la récupération du sel.
- ✓ Le taux de décoloration, les 3 facteurs sont significativement influençant ainsi que l'interaction b33, ce qui met en cause l'effet hautement significatif de la [NaCl] sur le taux de décoloration de la colonne.

Les modèles peuvent s'écrire donc

**Y = 10.347 – 6.585 b1, pour le taux de déplacement ;**

**Y = 73.587 + 8.077 b1, pour le taux de récupération ;**

**Y = 77.03 + 1.645b1 + 0.973b2 + 3.711b3 + 1.717b3<sup>2</sup>, pour le taux de décoloration.**

## 2) Analyse de la variance

On pose :

Taux de déplacement = TDp

Taux de récupération = TR

Taux de décoloration = TD

Source de variation	CCCIV)	CCCVI)	Somme des	CCCVI	CCCIX)	Signification	
	CCCXV) varia	CCCX)T	CCCXI)	CCCXII)	D	CCCXIII)	CCCXIV)
	tion	Dp	R	D	L	Dp	R
	CCCXVI)	CCCXVII)	CCCXVIII)	CCCXIX)	CCCXX	CCCXXI)	CCCXXII)
	égressio	41.57	36.30	84.94		0.01	.18 *
	n	52	07	23		***	.0208
	CCCXXIV)	CCCXXV)	CCCXXVI)	CCCXXVII)	CCCXX	CCCXXIX)	CCCXXX)
	ésidus	.1349	9.787	.8234			CCCXXXI)
			7				
	CCCXXXII)	CCCXXXII)	CCCXXXI)	CCCXXXV)	CCCXX	CCCXXXVI)	CCCXXXV)
							CCCXXXIX)

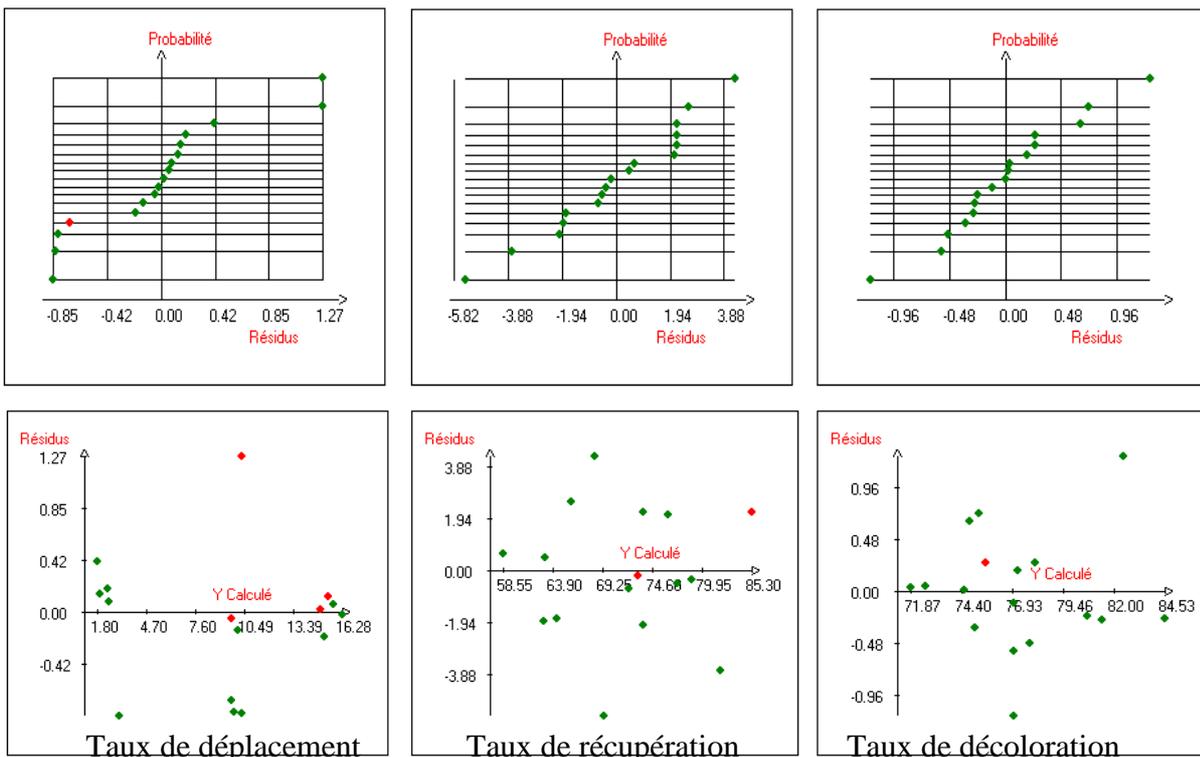


<b>Validité</b>	.1949	7.915	.2784	0.5	6.9	5.7
		5				
<b>CCCXL)</b>	CCCXLI)	CCCXLII)	CCCXLIII)	CCCXL	CCCXLV)	CCCXLVI
<b>rreur</b>	.9400	1.872	.5451			
		3				
<b>CCCXLVIII)</b>	CCCXLIX)	CCCL) 9	CCCLI)	CCCLII,	CCCLIII)	CCCLIV)
<b>otal</b>	47.71	36.08	89.76	6		
	00	84	58			

L'ANOVA 1 (régression) est valide ce qui veut dire que nos modèles sont explicatifs : car le risque d'erreur en acceptant que la variance  $V_{\text{régression}} > V_{\text{résiduel}}$  (hypothèse  $H_1$ ) est inférieur à 5% (risque maximum choisi).

L'ANOVA 2 (validité) est aussi valide ce qui veut dire que nos modèles est prédictifs : car le risque d'erreur en acceptant que la variance  $V_{\text{Lof}}$  (erreur due au modèle)  $> V_{\text{EP}}$  (erreur pure) (hypothèse  $H_1$ ) est supérieur à 5% (risque maximum choisi), donc la contre hypothèse est juste qui dit que  $V_{\text{Lof}} = V_{\text{EP}}$ .

### 3) Etude des résidus de la réponse

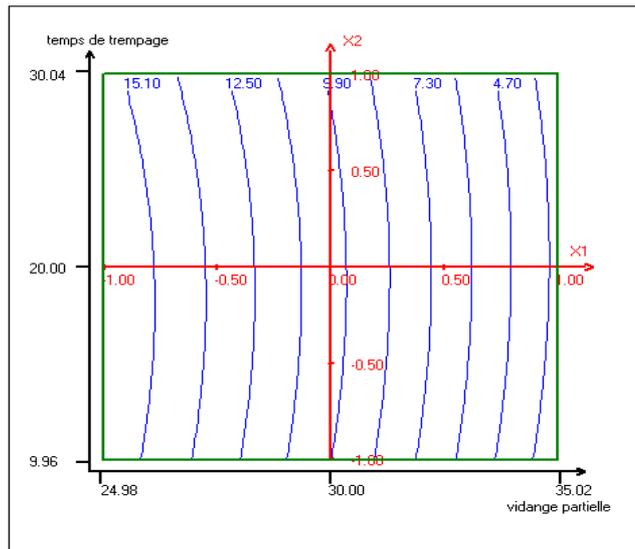


D'après ces graphes, on peut conclure de la normalité de la dispersion des résidus.

### 4) Etude graphique en 2D

#### Taux de déplacement

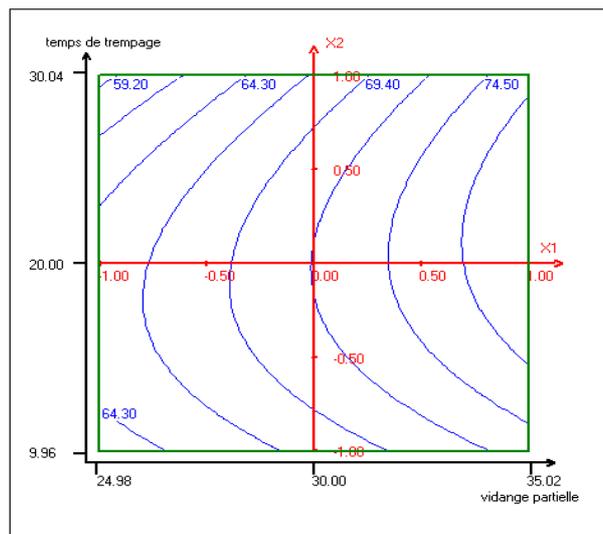
Facteur fixe : [NaCl] = 90.00 g/l



On remarque bien que plus on avance vers des valeurs élevées de vidange partielle plus la réponse se minimise (moins que 4% à 35m<sup>3</sup>).

### Taux de récupération

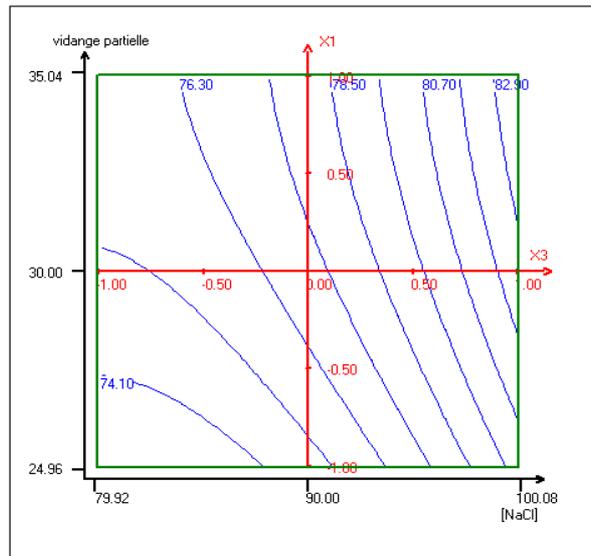
Facteur fixe : [NaCl] = 100.00 g/l



La réponse s'améliore au fur et à mesure qu'on avance vers la valeur élevée de la vidange.

### Taux de décoloration

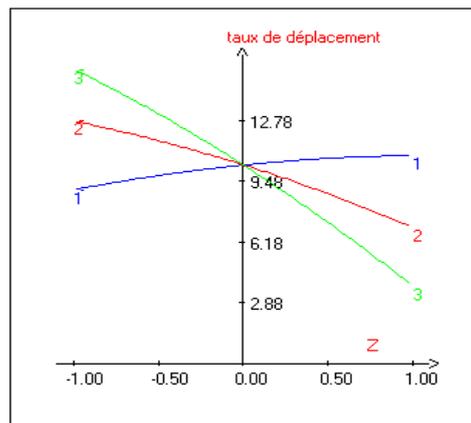
Facteur fixe : trempage = 20 min.



Le taux de décoloration augmente avec la vidange et surtout avec la [NaCl], on peut donc atteindre une valeur supérieure à 82.9 % de décoloration en mettant ces 2 facteurs sur leurs maximums.

### 5) Courbure de l'équation canonique

Taux de déplacement



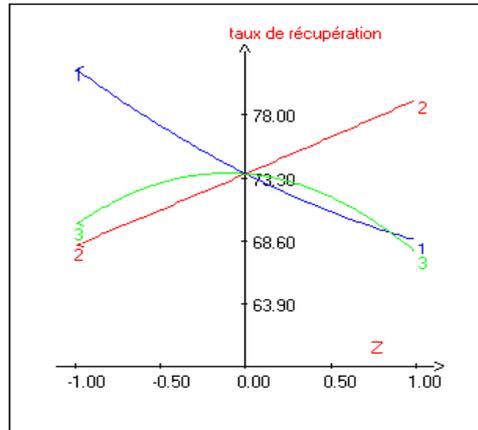
### Equation canonique

$$Y2 = 10.347 + 0.930 Z1 - 2.870 Z2 - 5.858 Z3 - 0.410 Z1^2 - 0.503 Z2^2 - 0.688 Z3^2$$



La courbe de l'équation canonique montre que [NaCl] (courbe N°1) n'a aucun effet sur le déplacement de la courbe, contrairement à la vidange (courbe N°3) pour la quelle la courbe est décroissante en passant du niveau -1 ( $25\text{ m}^3$ ) au niveau +1 ( $35\text{ m}^3$ ).

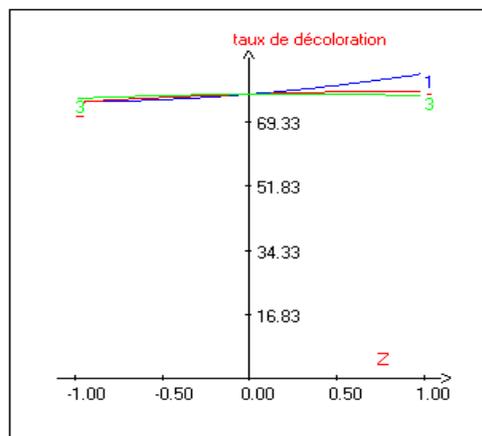
### Taux de récupération



D'après cette courbe la vidange (courbe 2) et [NaCl] (courbe 1) ont des effets contradictoires.

- ✓ Quand on passe du niveau bas pour la vidange ( $25\text{m}^3$ ) au niveau haut ( $35\text{m}^3$ ) le taux de récupération s'améliore de 10 point en passant de 68% à 78%.
- ✓ Quand on passe du niveau haut pour [NaCl] ( $100\text{g/l}$ ) au niveau bas ( $80\text{g/l}$ ) le taux de récupération s'améliore de 14 point en passant de 68% à environ 82%.

### Taux de décoloration

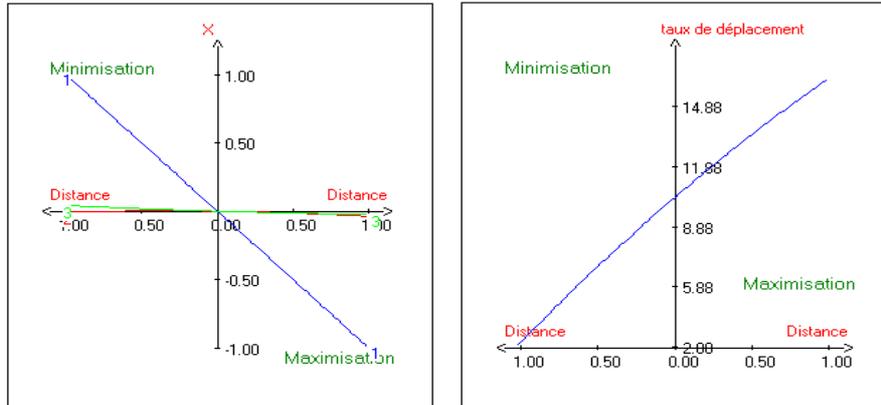




La courbe 1 qui correspond à [NaCl] se décale légèrement vers le haut en passant du niveau 0 à 1, l'influence est donc clair si on dépasse la [NaCl] = 90g/l, tandis que l'effet des autres facteurs n'est pas visible à cause de l'échelle très petit. Chose qu'on peut visualiser avec le chemin optimal.

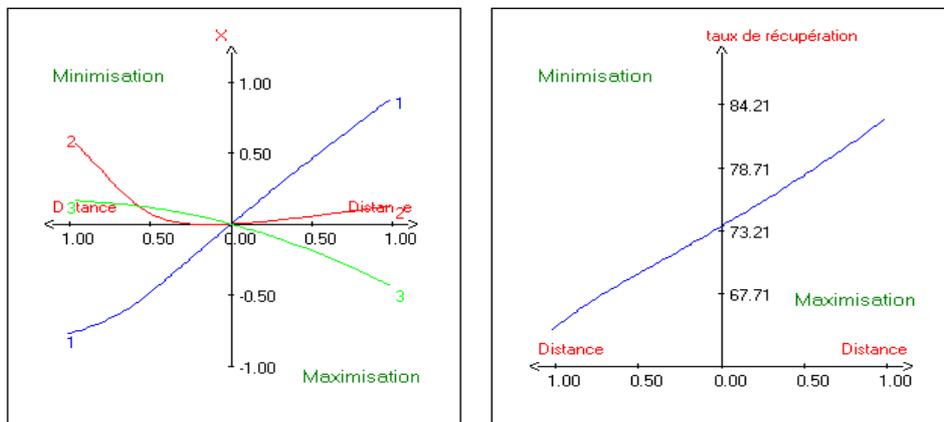
## 6) Etude du chemin optimal

### Taux de déplacement



On remarque bien que pour minimiser notre (déplacement), il faut régler le paramètre 1 (vidange partielle) sur le niveau 1 c.à.d. 35m<sup>3</sup>, tandis que les autres facteurs n'ont pas d'influence visible sur la réponse puisque leurs courbes restent horizontales.

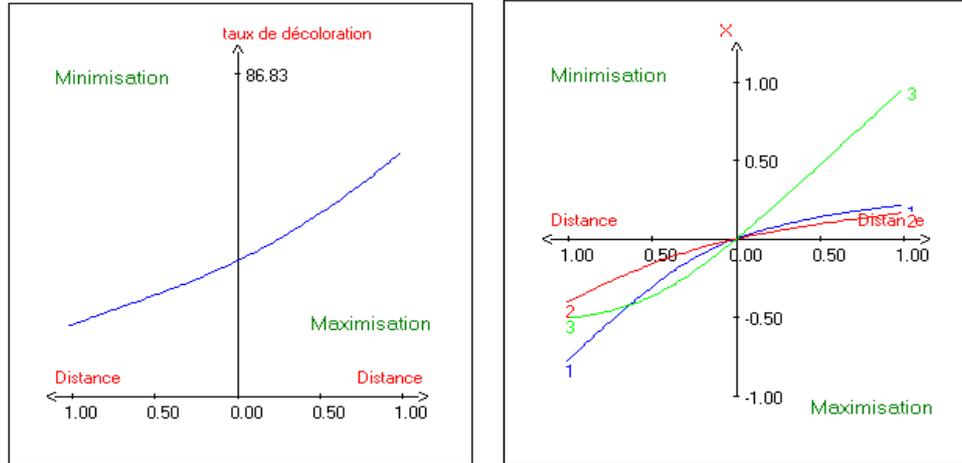
### Taux de récupération





Le chemin optimal nous propose de fixer la vidange au niveau maximal (+1 correspond à 35m<sup>3</sup>), le trempage au niveau moyen (0 correspond à 20 min) et la [NaCl] au niveau -0.5 (- 0.5 correspond à 85g/l) pour maximiser la réponse. Mais la vidange reste l'option la mieux adaptée.

### Taux de décoloration



Le chemin optimal montre que pour maximiser la réponse on doit dépasser légèrement la valeur moyenne pour le trempage et la vidange partielle, et fixer la [NaCl] sur 100g/l (valeur maximale).

### 7) Conclusion

Cette étude nous a permise de conclure que :

- ✓ La vidange est le facteur le plus influençant sur le déplacement de la courbe de régénération, et il faut le mettre sur sa valeur maximale (35m<sup>3</sup>) pour optimiser le déplacement (réponse < 4%).
- ✓ Comme s'était prévu le taux de récupération est lié au déplacement de la courbe, donc la vidange ne doit en aucun cas être réglée sur une valeur < 35m<sup>3</sup>.
- ✓ Cette étude nous a permis de mettre en évidence l'effet important de [NaCl] sur la qualité de décoloration, en effet une [NaCl] élevée influence positivement l'efficacité de décoloration de la colonne de décoloration.

### III. Vérification des résultats du plan d'expérience

Le calcul de désirabilité a donné le réglage suivant pour des réponses optimales :

#### Coordonnées du maximum

CCCLVI) riable	Va	CCCLVII)	Facteur	CCCLVIII) aleur	V
CCCLIX)	X1	CCCLX)	Vidange partielle	CCCLXI)	3
CCCLXII)	X2	CCCLXIII)	temps de trempage	CCCLXIV)	2
CCCLXV)	X3	CCCLXVI)	[NaCl]	CCCLXVII)	9



9.93

### Caractéristiques du maximum

CCCLXVIII) Réponse	CCCLXIX) réponse	Nom de la	CCCLXX) aleur	V
CCCLXXI) Y1	CCCLXXII) Taux de récupération	de	CCCLXXIII) 8	8
CCCLXXIV) Y2	CCCLXXV) Taux de déplacement	de	CCCLXXVI) .35	2
CCCLXXVII) Y3	CCCLXXVIII) x de décoloration	Tau	CCCLXXIX) 3.99	8
CCCLXXX)	CCCLXXXI) DESIRABI LITE		CCCLXXXII)	

On a utilisé ce réglage pour faire un test de vérification, le résultat est le suivant :

- Taux de récupération = **81.8%**
- Déplacement = **4%**
- Taux de décoloration de la colonne = **83.32%**

Dans l'étude graphique et pour le même point on doit avoir :

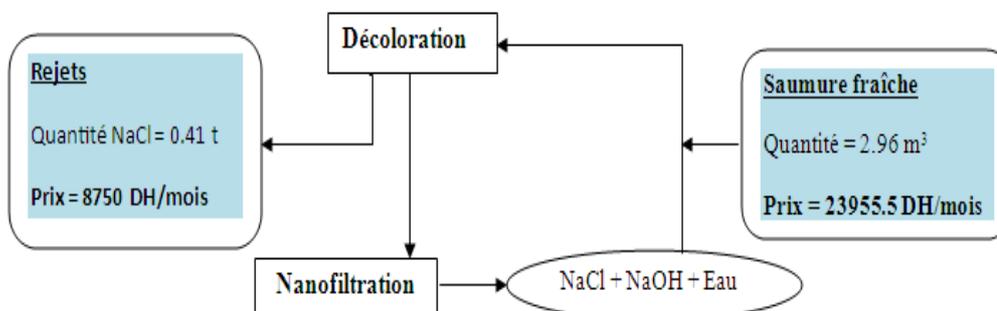
- Taux de récupération = 79.33 +/- 3.20%
- Déplacement = 2.41 +/- 0.79%
- Taux de décoloration de la colonne = 83.73 +/- 0.7%

Les résultats obtenus dans la vérification sont valide, parce qu'ils sont inclus dans l'intervalle donné par l'étude graphique.

## IV. Valeur ajoutée de l'étude

### Etude économique

Le taux de récupération est de 81.8% et qui correspond à une quantité de 4.09 t de NaCl. Les pertes sur l'appoint et les rejets ont été donc réduites d'une manière significative en utilisant le nouveau réglage, et les résultats du calcul sont résumés dans le schéma suivant :





On remarque bien que les pertes sur l'appoint ont été réduites de 35539.2 DH / mois à 23955.5 DH / mois, et les pertes sur le rejet de 19200 DH / mois à 8750.5 DH / mois.

On peut résumer la valeur ajoutée de notre étude en 3 points importants :

- ✓ valeur commerciale : le gain de **7 points minimum sur le taux de décoloration** au début du cycle de production, ce qui se reflétera sûrement sur le taux global de décoloration, sur la qualité de la cristallisation et ainsi sur la qualité du sirop obtenu ;
- ✓ valeur économique 1: même si on a augmenté la [NaCl] de la saumure de régénération de 90g/l à 100g/l, la récupération s'est améliorée ce qui nous a permis une réduction dans les pertes dus à l'appoint à :

$$35539.2 - 23955.5 = 11583.7 \text{ DH / mois} = \mathbf{32.6\% \text{ d'économie sur l'appoint.}}$$

- ✓ valeur économique 2 : on sait que la colonne consomme à peu près 10% en [NaCl], et puisque la récupération obtenue après le nouveau réglage est de 81.8%, les pertes sont estimées donc à 8.2% ce qui correspond à une somme de 8750.5 DH / mois.  
On aura donc  $19200 - 8750.5 = 10449.5 \text{ DH / mois} = \mathbf{54.4\% \text{ d'économie sur les pertes.}}$

Ce qui nous donne une économie globale estimée à :  
 $10449.5 + 11583.7 = \mathbf{22033.2 \text{ DH / mois.}}$

## RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES

### Recommandations

On sait que le taux de décoloration que peut atteindre la résine anionique forte est de l'ordre de 90%, et on a eu à partir de notre étude que le taux moyen pour les 2 unités ne dépasse pas 67%, ce qui veut dire qu'on est en face d'un problème donc voici les remèdes que je juge nécessaires :

- ✓ La stabilisation du débit à une valeur ne dépassant pas 70m<sup>3</sup>/h le long du cycle de production ;



- ✓ L'augmentation de  $[\text{NaCl}]$  de la saumure de régénération par réglage du conductimètre de la sortie du bac de la saumure à  $150 \mu\text{s}$ , ce qui correspond à une  $[\text{NaCl}] = 100\text{g/l}$  ;
- ✓ La réalisation du trempage pendant au moins 20 minutes vers  $20\text{m}^3$  du déplacement 1, là où on a une concentration maximale en  $\text{NaCl}$  ce qui permettra à la résine du compartiment inférieur à compléter le processus de régénération et de l'améliorer ;
- ✓ On sait que la régénération est une étape très importante pour obtenir une décoloration du sirop de sucre de bonne qualité, et pour améliorer les processus de récupération de  $\text{NaCl}$  et  $\text{NaOH}$  on doit régler la vidange partielle sur  $35\text{m}^3$ .

## Perspectives

- ✓ Faire la même étude faite au niveau de l'unité 110 pour l'unité 35 ;
- ✓ Suivre le taux de décoloration pour l'unité 110 par carte de contrôle ;
- ✓ Etudier l'impacte de la coloration et de  $[\text{NaOH}]$  de la saumure utilisés dans la régénération sur la résine.

## CONCLUSION

Au terme de ce travail, on a pu mettre en évidence :

- ✓ L'impacte de la vidange partielle sur le déplacement de la courbe de régénération et ainsi sur le taux de récupération de  $\text{NaCl}$ , conclusion qui nous a poussés à mettre ce facteur sur sa valeur maximale de  $35\text{m}^3$ , ce qui nous donne un taux de récupération supérieur à 80% ;
- ✓ L'effet significatif des 3 facteurs  $[\text{NaCl}]$ , vidange et trempage sur la qualité de décoloration de la colonne. en effet une concentration de  $100\text{g/l}$  nous fait gagner plus de 8 points sur le taux de décoloration ;
- ✓ L'effet non négligeable du trempage, en effet il améliore la qualité de régénération en permettant à la résine du compartiment inférieur à pousser son échange avec la saumure. Cet effet a été attendu vu la coloration élevée des éluas obtenus surtout en déplacement 2, chose qu'on n'avait pas avant qu'on ne faisait pas de trempage.

Tout cela nous a permis une économie globale de **22033.2 DH / mois**, somme très importante, et qui incitera sûrement la COSUMAR à donner plus d'intérêt à l'outil des plans d'expérience en tant qu'outil d'optimisation des procédés.



## Annexe

### Annexe N°1 :

#### Colonne 105 cycle N°4

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.323	884.9	100	0.056	153.4	60	32.1	0.365	32.1	0.365	82.66
400	0.275	757.6	400	0.073	198.4	70	32	0.363	32	0.368	73.82
700	0.225	619.8	700	0.058	160.2	60	32	0.363	32	0.362	74.15
1200	0.224	617.1	1200	0.068	187.3	60	32	0.363	32	0.363	69.64

Moyenne = 75.07

#### Colonne 105 cycle N°5

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.3	819.7	100	0.056	152.6	70	32.2	0.366	32.3	0.367	81.38
400	0.3	826.4	400	0.064	178.3	70	32	0.363	31.7	0.359	78.43
700	0.322	887.1	700	0.087	240.3	70	32	0.363	31.9	0.362	72.91
1200	0.34	926.4	1200	0.102	281.8	70	32.3	0.367	32.3	0.362	69.59

Moyenne = 75.58

#### Colonne 105 cycle N°6

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.422	1179	100	0.108	295.9	70	31.6	0.358	32.1	0.365	74.90
400	0.41	1158	400	0.14	386.7	70	31.3	0.354	31.9	0.362	66.61
700	0.4	1096	700	0.183	498.6	70	32.1	0.365	32.3	0.367	54.50
1200	0.395	1065	1200	0.211	571.8	70	32.6	0.371	32.4	0.369	46.29

Moyenne = 60.57

#### Colonne 105 cycle N°7

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.238	650.3	100	0.076	207.7	80	32.2	0.366	31.2	0.366	68.07
400	0.22	601.1	400	0.122	326.2	80	32.2	0.366	32.8	0.374	45.73
700	0.217	591.3	700	0.135	367.8	70	32.3	0.367	32.3	0.367	37.79
1200	0.175	475.5	1200	0.115	311.7	70	32.4	0.368	32.4	0.369	34.46

Moyenne = 46.51

#### Colonne 105 cycle N°8



entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.251	687.7	100	0.082	224	80	32.1	0.365	32.2	0.366	67.42
400	0.262	717.8	400	0.112	306	90	32	0.365	32.2	0.366	57.37
700	0.258	701.1	700	0.134	369.1	80	32.2	0.368	32	0.363	47.35
1200	0.272	745.2	1200	0.162	446.3	80	32.1	0.365	32	0.363	40.11

32.1

Moyenne = 53.06

Colonne 105

cycle N°9

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.225	611.4	100	0.056	159.1	70	32.4	0.368	31.1	0.352	73.98
400	0.22	593	400	0.078	212	80	32.6	0.371	32.4	0.368	64.26
700	0.215	581.1	700	0.077	207.5	70	32.5	0.37	32.6	0.371	64.28
1200	0.223	602.7	1200	0.089	245.9	70	32.5	0.37	31.9	0.362	59.21

Moyenne = 65.43

Colonne 105 cycle N°10 (régénération acide)

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.267	731.5	100	0.082	223.4	80	32.1	0.365	32.3	0.367	69.46
400	0.284	776	400	0.097	262.9	80	32.2	0.366	32.4	0.369	66.12
700	0.283	773.2	700	0.122	329.7	80	32.2	0.366	32.5	0.37	57.36
1200	0.31	854	1200	0.136	378.8	70	32	0.363	31.7	0.359	55.64

Moyenne = 62.14

Colonne 105 cycle N°1

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.252	686.6	100	0.061	167.1	80	32.3	0.367	32.1	0.365	75.66
400	0.254	692.1	400	0.06	164.4	70	32.3	0.367	32	0.365	76.25
700	0.23	626.7	700	0.087	238.4	70	32.3	0.367	32	0.365	61.97
1200	0.23	633.6	1200	0.077	213.3	50	32	0.363	31.8	0.361	66.34

Moyenne = 70.05

Colonne 105 cycle N°2

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.223	607.6	100	0.072	195.1	80	32.3	0.367	32.4	0.369	67.89
400	0.254	703.6	400	0.105	294.1	80	31.8	0.361	31.5	0.357	58.20
700	0.261	727	700	0.121	327	70	31.7	0.359	32.5	0.37	55.02
1200	0.25	698.3	1200	0.122	339.8	70	31.6	0.358	31.7	0.359	51.34

Moyenne = 58.11

Colonne 105 cycle N°3



entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.267	743.7	100	0.062	169.4	70	31.7	0.359	32.2	0.366	77.22
400	0.262	721.8	400	0.068	187.3	70	32	0.363	32	0.363	74.05
700	0.252	694.2	700	0.077	212.1	70	32	0.363	32	0.363	69.44
1200	0.241	656.7	1200	0.088	241.1	70	32.3	0.367	32.1	0.365	63.29

Moyenne = 71.00

**Colonne 105 cycle N°4**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.277	754.8	100	0.067	182.6	70	32.3	0.367	32.3	0.367	75.81
400	0.273	752.1	400	0.073	201.1	70	32	0.363	32	0.363	73.26
700	0.283	779.6	700	0.085	236.8	70	32	0.363	31.7	0.359	69.63
1200	0.27	735.7	1200	0.103	279.1	70	32.3	0.367	32.4	0.369	62.06

Moyenne = 70.19

Colonne

**105 cycle N°5**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.256	699.5	100	0.068	186.3	70	32.2	0.366	32.1	0.365	73.36
400	0.252	690.4	400	0.079	216.4	70	32.1	0.365	32.1	0.365	68.65
700	0.244	666.7	700	0.085	231.6	70	32.2	0.366	32.3	0.367	65.26
1200	0.239	651.2	1200	0.097	262.9	70	32.3	0.367	32.4	0.369	59.63

Moyenne = 66.73

**Colonne 105 cycle 6**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.249	682.2	100	0.07	191.3	70	32.1	0.365	32.2	0.366	71.96
400	0.23	628.4	400	0.075	206.6	70	32.2	0.366	32	0.363	67.12
700	0.244	666.7	700	0.087	239.7	70	32.2	0.366	32	0.363	64.05
1200	0.218	594	1200	0.09	247.9	70	32.3	0.367	32	0.363	58.26

Moyenne = 65.35

**Colonne 105 cycle 7**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.256	697.5	100	0.081	223.1	80	32.3	0.367	32	0.363	68.01
400	0.25	681.2	400	0.093	254.1	80	32.3	0.367	32.2	0.366	62.70
700	0.263	732.6	700	0.095	261.7	70	31.7	0.359	32	0.363	64.28
1200	0.272	743.2	1200	0.108	297.5	70	32.2	0.366	32	0.363	59.97

Moyenne = 63.74

**Colonne 105 cycle 8**



entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.272	749.3	100	0.069	190.1	80	32	0.363	32	0.363	74.63
400	0.265	722.1	400	0.084	229.5	80	32.3	0.367	32.2	0.366	68.22
700	0.26	716.3	700	0.092	253.4	70	32	0.363	32	0.363	64.62
1200	0.272	743.2	1200	0.112	308.5	70	32.2	0.366	32	0.363	58.48

Moyenne = 66.49

**Colonne 105 cycle 9**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.234	637.6	100	0.077	210.4	70	32.3	0.367	32.2	0.366	67.00
400	0.222	611.6	400	0.09	247.9	80	32	0.363	32	0.363	59.46
700	0.217	597.8	700	0.091	250.7	70	32	0.363	32	0.363	58.06
1200	0.228	623	1200	0.11	303	70	32.2	0.366	32	0.363	51.36

Moyenne = 58.97

**Colonne 105 cycle 10 (régénération acide)**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.256	705.2	100	0.07	192.8	70	32	0.363	32	0.363	72.66
400	0.242	659.4	400	0.088	241.1	70	32.3	0.367	32.1	0.365	63.44
700	0.261	719	700	0.123	338.8	70	32	0.363	32	0.363	52.87
1200	0.255	696.7	1200	0.124	341.6	70	32.2	0.366	32	0.363	50.97

Moyenne = 59.98

Colonne

**105 cycle 1**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.258	710.7	100	0.039	107.4	70	32	0.363	32	0.363	84.88
400	0.254	694	400	0.048	131.1	70	32.2	0.366	32.2	0.366	81.10
700	0.262	721.8	700	0.057	157	70	32	0.363	32	0.363	78.24
1200	0.26	708.4	1200	0.071	194	70	32.3	0.367	32.2	0.366	72.62

Moyenne = 79.21

**Colonne 105 cycle 2**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.268	734.2	100	0.049	135	70	32.1	0.365	32	0.363	81.62
400	0.267	731.5	400	0.057	156.2	70	32.1	0.365	32.1	0.365	78.65
700	0.273	752.1	700	0.066	181.8	70	32	0.363	32	0.363	75.82
1200	0.277	771.6	1200	0.078	214.9	70	31.7	0.359	32	0.363	72.15

Moyenne= 77.06

**Colonne 105 cycle 3**



entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.234	653.6	100	0.043	120.1	70	31.6	0.358	31.6	0.358	81.62
400	0.267	737.6	400	0.058	161.6	70	31.9	0.362	31.7	0.359	78.10
700	0.219	634.8	700	0.064	183.9	70	30.6	0.345	30.8	0.348	71.03
1200	0.235	677.2	1200	0.079	229.7	70	30.7	0.347	30.5	0.344	66.09

Moyenne = 74.21

**Colonne 105 cycle 4**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.252	690.4	100	0.058	159.8	70	32.1	0.365	32	0.363	76.86
400	0.263	720.5	400	0.068	187.3	70	32.1	0.365	32	0.363	74.00
700	0.256	705.2	700	0.087	237.7	70	32	0.363	32.2	0.366	66.29
1200	0.266	732.8	1200	0.098	267.8	70	32	0.363	32.2	0.366	63.46

Moyenne = 70.15

**Colonne 105 cycle 5**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.264	723.3	100	0.059	162.5	70	32.1	0.365	32	0.363	77.53
400	0.255	702.5	400	0.069	190.1	70	32	0.363	32	0.363	72.94
700	0.237	652.9	700	0.088	241.1	70	32	0.363	32.1	0.365	63.07
1200	0.248	683.2	1200	0.097	265	70	32	0.363	32.2	0.366	61.21

Moyenne = 68.69

**Colonne 105 cycle 6**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.282	776.9	100	0.077	212.1	70	32	0.363	32	0.363	72.70
400	0.277	754.8	400	0.084	230.1	70	32.3	0.367	32.1	0.365	69.51
700	0.259	709.6	700	0.098	267	70	32.1	0.365	32.3	0.367	62.37
1200	0.266	728.8	1200	0.109	297.8	70	32.1	0.365	32.2	0.366	59.13

Moyenne = 65.93

**Colonne 105 cycle 7**

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.235	643.8	100	0.056	154.3	70	32.1	0.365	32	0.363	76.04
400	0.224	610.4	400	0.08	218	70	32.3	0.367	32.3	0.367	64.29
700	0.229	630.9	700	0.082	225.9	70	32	0.363	32	0.363	64.19
1200	0.238	652.1	1200	0.091	248.6	70	32.1	0.365	32.2	0.366	61.87

Moyenne = 66.60

**Colonne 105 cycle 8**



entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.254	699.7	100	0.066	181.8	70	32	0.363	32	0.363	74.02
400	0.262	721.8	400	0.075	206.6	70	32	0.363	32	0.363	71.37
700	0.248	679.5	700	0.097	265.8	70	32.1	0.365	32.1	0.365	60.89
1200	0.236	646.6	1200	0.118	322.4	70	32.1	0.365	32.2	0.366	50.14

Moyenne = 64.10

### Colonne 105 cycle 9

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.267	735.5	100	0.078	214.9	70	32	0.363	32	0.363	70.79
400	0.273	747.9	400	0.097	267.2	70	32.1	0.365	32	0.363	64.27
700	0.278	757.5	700	0.111	302.5	70	32.3	0.367	32.3	0.367	60.07
1200	0.262	721.8	1200	0.119	326	70	32	0.363	32.1	0.365	54.83

Moyenne = 62.49

### Colonne 105 cycle 10

entrée			sortie			débit col	Brix				taux décol
vol	D.O	col	vol	D.O	col		entrée	conc	sortie	conc	
100	0.255	702.5	100	0.08	220.4	70	32	0.363	32	0.363	68.63
400	0.248	679.5	400	0.091	249.3	70	32.1	0.365	32.1	0.365	63.31
700	0.24	657.5	700	0.103	282.2	70	32.1	0.365	32.1	0.365	57.08
1200	0.252	694.2	1200	0.115	316.8	70	32	0.363	32	0.363	54.37

Moyenne = 60.85

## Annexe N°2

